

---

## **Entwicklung eines Nickel-reduzierten Austenits als Werkstoff im thermisch hoch beanspruchten Abgasturbolader**



D i s s e r t a t i o n

Timotheus Kaiser

---

Dissertation Clausthal 2013



# **Entwicklung eines Nickel-reduzierten Austenits als Werkstoff im thermisch hoch beanspruchten Abgasturbolader**

.....

D i s s e r t a t i o n

zur Erlangung des Doktorgrades  
der Ingenieurwissenschaften

vorgelegt von

Timotheus Roman Valentin Kaiser

.....

Regensburg

aus .....

genehmigt von der Fakultät für Natur- und Materialwissenschaften  
der Technischen Universität Clausthal,

Tag der mündlichen Prüfung

06.11.2013

.....

Vorsitzende der Promotionskommission

Prof. Dr.-Ing. Babette Tonn

---

Hauptberichterstatter

Prof. Dr.-Ing. habil. Lothar Wagner

---

Mitberichterstatter

Prof. Dr. rer. nat. Dr.-Ing. habil. Werner Riehemann

---

## **Vorwort**

Die vorliegende Arbeit begann während meiner Tätigkeit als Doktorand bei Daimler Research and Development in Ulm und endet in der Daimler Giesserei in Mettingen, wo ich als Fertigungsverfahrensentwickler beschäftigt bin.

Mein besonderer Dank gilt meinem leider 2010 verstorbenen Doktorvater Herrn Prof. Dr. Georg Frommeyer, Leiter der Abteilung für Werkstofftechnik am Max-Planck-Institut Düsseldorf, für seine Unterstützung und die wertvollen Anregungen und Diskussionen.

Außerdem möchte ich Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Lothar Wagner, Direktor des Instituts für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik an der Technischen Universität Clausthal, für die Hilfsbereitschaft bei Übernahme der Betreuung und der Unterstützung meiner Doktorarbeit danken; Herrn Prof. Dr. rer. nat. Dr.-Ing. habil. Werner Riehemann, Leiter der Abteilung Innere Reibung, weichmagnetische Werkstoffe und nanoskalige Pulver am Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, für die kritische Durchsicht der Arbeit und der bereitwilligen Übernahme des Korreferats sowie den damit verbundenen Mühen.

Mein Dank gilt im Weiteren meinem Arbeitgeber, der Daimler AG und dem Abteilungsleiter für Antriebe, e-Drive Herrn Dr.-Ing. Tilmann Haug. Insbesondere Herrn Dr. rer. nat. Karl-Ludwig Weißkopf, Teamleiter für den Bereich Leichtbau Gusstechnologien, danke ich für die Hilfe bei der Themenfindung sowie für die langjährige, wohlwollende Unterstützung meiner Arbeit.

Beim Team Urformen und vielen weiteren Kollegen aus anderen Bereichen bedanke ich mich für die kollegiale Unterstützung und das motivierende Arbeitsklima. Besonders gilt mein Dank Herrn Hermann Pfeifer sowie allen Praktikanten, Diplomanden und Doktoranden, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Auch die lehrreiche Zeit in meiner (nicht mehr ganz) neuen Abteilung Produktion Eisenguss in der Gießerei Mettingen will ich erwähnen, und meinem Teamleiter für Technologietransfer und Metallmanagement Eisenguss Herrn Siegfried Botsch danken, der mich stets mit anhaltendem, hilfreichen Druck zur Fertigstellung meiner Arbeit bewegt hat.


Natürlich nicht vergessen will ich die Mitarbeiter am MPI in Düsseldorf, am IfG in Düsseldorf, in der Gießerei von Daimler in Mettingen, am NMI in Reutlingen, bei ThyssenKrupp in Duisburg, der Firma Netzsch in Selb, des Instituts für Geotechnik der Universität Dresden, der Entwicklung von Daimler in Untertürkheim und der Gießerei Wolfensberger in Bauma, die verschiedenste Untersuchungen im Auftrag angestellt haben und mich bei der Durchführung der zahlreichen Gießversuche und Experimente unterstützt haben.

Abschließend möchte ich noch ganz besonders meiner Familie und meiner Freundin für ihre „mentale“ Unterstützung danken.



## **EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG**

Hiermit erkläre ich an Eides Statt, dass ich die bei der Fakultät für Natur- und Materialwissenschaften der Technischen Universität Clausthal eingereichte Dissertation selbständig und ohne unerlaubte Hilfe verfasst und die benutzten Hilfsmittel vollständig angegeben habe.

  
\_\_\_\_\_





## Gliederung

<b>VORWORT .....</b>	<b>II</b>
<b>ABKÜRZUNGEN UND FORMELZEICHEN.....</b>	<b>IX</b>
<b>KURZFASSUNG .....</b>	<b>XI</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>XII</b>
<b>1 EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG .....</b>	<b>1</b>
<b>2 ABGASTURBOLADER.....</b>	<b>3</b>
2.1 Funktion und Komponenten .....	4
2.2 Turbinengehäuse.....	5
2.2.1 Anforderungen.....	5
2.2.2 Werkstoffe und Herstellung.....	6
<b>3 EISEN UND STAHL .....</b>	<b>7</b>
3.1 Grundlagen Werkstoff.....	8
3.1.1 System Eisen - Kohlenstoff .....	9
3.1.2 Legierungselemente in Gusseisen und Stählen.....	12
3.1.3 Gießtechnik, Erstarrung und Gefüge .....	22
3.2 Werkstoff-Schädigungsmechanismen .....	28
<b>4 EXPERIMENTELLE METHODEN.....</b>	<b>39</b>
4.1 Legierungssysteme und Herstellung von Proben und Versuchsteilen.....	40
4.2 Werkstoffcharakterisierung.....	51
4.2.1 Gefüge und Phasen .....	52
4.2.1.1 Simulation mit Pandat®.....	52
4.2.1.2 Licht- und Elektronenmikroskopie, Probenvorbereitung .....	54
4.2.1.3 Rückstandsanalyse .....	62
4.2.1.4 Ferritanalyse.....	63
4.2.2 Mechanische Eigenschaften.....	63
4.2.2.1 Thermischer Ausdehnungskoeffizient.....	63
4.2.2.2 Zugversuch.....	64
4.2.2.3 E-Modul .....	67
4.2.2.4 Zeitstandversuch und Stufenkriechversuch.....	67
4.2.2.5 Härte.....	69
4.2.2.6 Thermoermüdungsverhalten .....	70
4.2.3 Oxidationsverhalten .....	73
4.2.3.1 Auslagerung .....	73
4.2.3.2 Thermogravimetrie.....	75
4.3 Bauteiluntersuchungen und Prüfstandsversuche.....	76
<b>5 DARSTELLUNG UND DISKUSSION DER ERGEBNISSE .....</b>	<b>79</b>
5.1 Bewertung Nichtaustenite und Sonderstähle unter Temperaturbeeinflussung.....	80
5.2 Einfluss der Elemente auf Gefüge und Temperaturverhalten austenitischer Werkstoffe.....	100
5.2.1 Allgemeine Vorgehensweise und Ergebnisse ausgewählter Legierungen .....	100
5.2.2 Weitere werkstoffliche Erkenntnisse .....	121
5.3 Bauplan nickelreduzierter Austenit.....	145

5.3.1	Zusammensetzung und Mikrostruktur .....	146
5.3.2	Verhalten bei Temperaturbeanspruchung .....	157
5.3.2.1	Festigkeit und Kriechen .....	157
5.3.2.2	Gefügestabilität und thermische Ermüdung .....	162
5.3.2.3	Oxidationsverhalten .....	168
<b>5.4</b>	<b>Bauteile unter Einsatzbedingungen.....</b>	<b>176</b>
5.4.1	Einfluss Gießtechnik .....	176
5.4.2	Rissbildung, Gefügeveränderung und Oxidation.....	183
5.4.2.1	Makroskopische Befundungen.....	184
5.4.2.2	Mikroskopie der Bauteile.....	193
<b>6</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK .....</b>	<b>204</b>
<b>LITERATURVERZEICHNIS .....</b>		<b>A</b>
<b>LEBENS LAUF.....</b>		<b>F</b>

## Abkürzungen und Formelzeichen

### Stahl-Phasen

$\alpha$	Ferrit
$\gamma$	Austenit
$\delta$	Delta-Ferrit
$\sigma$	Sigma-Phase
$\chi$	Chi-Phase

### Firmen

DAG	Daimler AG
IfG	Institut für Gießereitechnik
MPI	Max-Planck Institut
WAG	Wolfensberger AG

### Abkürzungen

ATL	Abgasturbolader
CAD	rechnergestütztes Konstruieren
CET	Kohlenstoffäquivalent
CFD	Strömungslehre
DIN	Deutsches Institut für Normung
EDX	energiedispersive Röntgenspektrometrie
EKD	Eisenkohlenstoffdiagramm
F-AES	Flammen-Atomemissionsspektrometrie
FEM	Methode der finiten Elemente
FIB	fokussierter Ionenstrahl
GJL	Gusseisen mit Lamellengraphit
GJS	Gusseisen mit Kugelgraphit
GJSA	austenitisches Gusseisen mit Kugelgraphit
GJV	Gusseisen mit Vermikulargraphit
HB	Härte Brinell
HCF	Ermüdung bei hoher Lastspielzahl
HV	Härte Vickers
kfz.	kubisch flächenzentriert
krz.	kubisch raumzentriert
LCF	Ermüdung bei niedriger Lastspielzahl
MAG	Metall-Aktivgas
ND	Niederdruck
NEFZ	neuer europäischer Fahrzyklus
OES	optische Emissionsspektrometrie
ppm	Teile pro Million
PRE	Widerstand gegen „Pitting“
PUR	Polyurethanharz
REM	Rasterelektronenmikroskop
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
TG	Turbinengehäuse
TMF	thermo-mechanische Ermüdung
UV	Ultraviolett
WDX	wellenlängendispersive Röntgenspektrometrie
WIG	Wolfram-Inertgas
XRD	Röntgendiffraktometrie

### Variablen

$\alpha$	[1/K]	thermischer Ausdehnungskoeffizient
$\varepsilon$	[%]	technische Dehnung
$\varepsilon_0$	[%]	Dehnung im Bereich I Kriechen
$\dot{\varepsilon}$	[%/s]	Kriechrate
$\varepsilon_{el}$	[%]	elastische Dehnung
$\eta$	[-]	Wirkungsgrad
$\Theta$	[-]	Verfestigung
$\chi$	[-]	Wärmespannungsindex

$\chi_{\text{mod}}$	[-]	modifizierter Wärmespannungsindex
$\lambda$	[W/m·K]	Wärmeleitfähigkeit
$\lambda_w$	[m]	Wellenlänge
$\sigma$	[MPa]	Druck- und Zugspannung
$\sigma_r$	[MPa]	mittlere Spannung für Bruch
$\sigma_{1\%}$	[MPa]	mittlere Spannung für 1% Dehnung
$\sigma_{\text{therm}}$	[-]	induzierte Wärmespannungen
$\rho$	[kg/m <sup>3</sup> ]	Dichte
$\tau$	[N/m <sup>2</sup> ]	Scher- bzw. Schubspannungen
$\tau_{KG}$	[N/m <sup>2</sup> ]	Scher- bzw. Schubspannungen an den Korngrenzen

## Formelzeichen

$a$	[m <sup>2</sup> /s]	Temperaturleitfähigkeit
$A$	[%]	Bruchdehnung
$A_g$	[%]	Gleichmaßdehnung
$A_N$	[-]	Nortonfaktor
$b$	[m]	Breite
$b_V$	[-]	Burgers Vektor
$c_W$	[J/K]	Wärmekapazität
$d_K$	[μm]	Korngröße / Korndurchmesser
$D_0$	[m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ]	Diffusionskonstante
$E_M$	[kN/m <sup>2</sup> ]	Elastizitätsmodul
$f$	[Hz]	Eigenschwingfrequenz
$G_S$	[N/m <sup>2</sup> ]	Schubmodul
$k_B$	$1,38 \cdot 10^{-23}$ J/K	Boltzmann-Konstante
$k_S$	[-]	Strukturfaktor
$K$	[-]	Rechenkonstante
$L$	[m]	Länge
$m$	[kg]	Masse
$M$	[N/m <sup>2</sup> ]	Drehmoment
$M_S, M_E$	[°C]	Temperatur Martensit-Start; Martensit-Ende
$n$	[1/min]	Drehzahl
$n_N$	[-]	Norton Spannungsexponent
$p_K$	[-]	Korngrößenexponent
$p_m$	[bar]	mittlerer Verbrennungsdruck
$P$	[kW]	Leistung
$Q$	[J]	Aktivierungsenergie
$R$	8,314 J/(mol·K)	Gaskonstante
$R_{eH}, R_{eL}$	[MPa]	Streckgrenze
$R_m$	[MPa]	Zugfestigkeit
$R_{p0,2}$	[MPa]	Dehngrenze
$t$	[s]	Zeit, Testdauer
$T$	[°C]	Temperatur
$T_1$	[°C]	Eintrittstemperatur
$T_2$	[°C]	Austrittstemperatur
$T_L$	[°C]	Liquidustemperatur
$T_S$	[°C]	Schmelz- bzw. Solidustemperatur
$V$	[m <sup>3</sup> ]	Volumen
$V_H$	[cm <sup>3</sup> ]	Hubraum
$w$	[m]	Dicke

## Kurzfassung

Im Bereich der Turboaufladung von Ottomotoren ist eine Anhebung der Abgastemperatur am Motorausstritt auf 1050°C eine Notwendigkeit, um die Leistungsdichte zu erhöhen, und somit die Effizienz der Motoren zu steigern. Durch die hinsichtlich begrenzter Ressourcen geforderte Verbrauchsreduzierung zukünftiger Aggregate und dem steigenden Kostendruck für Material und Fertigung ist es zwingend notwendig, die verwendeten Materialien den jeweils benötigten Eigenschaften und Anforderungen sorgfältig anzupassen.

Ziel dieser Arbeit ist einen im Vergleich zu der Stahlgusslegierung GX40NiCrSiNb38-19 (Nr. 1.4849) Nickel-reduzierten Werkstoff für das thermisch hoch beanspruchte Gehäuse des Abgasturboladers zu entwickeln. Der heute im Einsatz befindliche Austenit enthält ca. 36 Gew.-% Nickel. Dieser Anteil soll aus Kostengründen drastisch gesenkt werden. Dabei müssen die positiven Eigenschaften des Nickels durch alternative, weniger kostenintensive Legierungselemente substituiert bzw. durch Anhebung oder Eingrenzung bereits vorhandener Bestandteile kompensiert werden. Insbesondere die Hochtemperatureigenschaften sind essentielle Faktoren.

Gastemperaturen von über 1000°C stellen hohe Ansprüche an das verwendete Material. Durch Gießversuche und eine darauf folgende Zusammenstellung der mechanischen Eigenschaften wie Festigkeit, Kriechverhalten und Thermoschockbeständigkeit, der Gefügeausbildung und der Oxidationsbeständigkeit soll im ersten Schritt eine Übersicht der vorhandenen Guss-Werkstoffe geschaffen werden, die für diese Anwendung in Betracht kommen. Das Gefüge und dessen Phasenzusammensetzung, die auf den Legierungselementen des Werkstoffs beruhen, werden simuliert und mittels Licht- und Elektronenmikroskopie untersucht. Zur Abschätzung der Kriecheigenschaften und des Thermozyklusverhaltens werden spezifisch angepasste Testmethoden beschrieben. Im zweiten Schritt erfolgt die Definition und Anpassung der Schlüssellegierungselemente in den unterschiedlichen Stahlgruppen, um den geforderten Hochtemperatureigenschaften gerecht zu werden.

Um die Eignung einer Legierung für den Anwendungsfall Turbinen-Gehäuse einschätzen zu können, werden ausgewählte Werkstoffe auf dem Heißgasprüfstand, Motorprüfstand und im Fahrzeug getestet und validiert. Durch den Vergleich aller Werkstoffeigenschaften und Kennwerte wird einerseits geklärt, welche Legierungselemente sich als besonders kritisch erweisen, und andererseits, wie sie sich gegenseitig beeinflussen.

Die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit geben sowohl einen umfassenden Überblick zur Vorgehensweise der Werkstoffentwicklung als auch zeigen sie den Einfluss und die Wirkung verschiedener Gefügetypen und deren Legierungselemente auf die Hochtemperatureigenschaften wie Festigkeit, Kriechen, Oxidationsverhalten und Temperaturstabilität in einer Eisenbasis-Legierung auf. Die Gesamtheit dieser Eigenschaften ist geprägt von den jeweiligen Gefügebestandteilen wie Austenit und verschiedenen Karbiden, die wiederum von den beteiligten Legierungselementen gebildet werden. Deshalb müssen die für die Eigenschaften relevanten Elemente definiert und deren Auswirkungen auf das Verhalten des Materials bestimmt werden. Dadurch wird nach mehreren Verbesserungsschleifen eine Legierung dargestellt, die das Potential aufweist, den Serienwerkstoff zu ersetzen.

Mit der Entwicklung einer neuen Legierung für das hoch belastete Abgasturbolader-Turbinengehäuse der heißen Seite konnte das Legierungselement Nickel um ca. 25 Gew.-% reduziert werden, was sowohl die Kosten allgemein als auch den Einfluss des volatilen Nickelpreises minimiert. Der Vergleich zum kommerziell im Einsatz befindlichen Werkstoff lässt keine negativen Eigenschaften sowohl auf Probenniveau als auch im Bauteil selbst erkennen.

Die Werkstofftechnik ist als eine der Schlüsseltechnologien im Motorenbau zu bezeichnen, in der sowohl die Kostenreduktion als auch die Verbesserung der Materialeigenschaften eine Rolle spielen.

## Abstract

Fuel reduction is a major concern for gasoline engines of the future. One way of reducing fuel consumption can be afforded by increasing exhaust gas temperature. In modern turbo-charged gasoline engines the gas can reach temperatures as high as 1050C due to increasing power density and efficiency. In addition to physical properties, material selection is of course limited by available resources in order to cope with the environment. Therefore, it is essential to design materials specifically tailored for the respective application.

The purpose of this work is to develop a nickel-reduced material for the highly stressed turbo-charger housing. The nickel content of the material must be rigorously reduced due to cost reasons. Within the working temperature range from room temperature up to 1050C, the newly developed alloy must have the same mechanical and chemical properties as the currently used steel GX40NiCrSiNb38-19 (Nr. 1.4849, approximately 36 wt.% Ni). The positive effects of the nickel content have to be compensated by alternative, less costly elements.

Gas temperatures over 1000C demand specific material characteristics. Comprehensive material testing of various cast alloys is necessary to investigate the properties like strength, creep, thermo-mechanical fatigue, microstructure development, and oxidation resistance. The microstructure and constitutive phases are investigated using light and electron microscopy. Modified methods were developed to test creep and thermo-mechanical fatigue of the materials. Initially, an overall survey of existing steels and cast irons was performed. The alloying elements responsible for the high temperature behaviour then were identified and incorporated into new alloys to produce the desired properties in the material.

Selected materials underwent specialized material tests which expose them to the high temperature gas environment and other realistic engine conditions to verify their applicability in turbo-charger housings. These test results are crucial to identify and correlate which of the alloying elements are most influential to the material's behaviour.

This thesis provides an overview of the material development process and the influence of the several alloying elements on the high temperature behaviour of iron-based alloys. Properties such as toughness, creep, oxidation, and temperature stability, as well as the formation of austenite and carbides, are, of course, dependent on the participating alloying elements. The relevant elements have to be defined and the impacts on the material properties determined. Following improvement loops, a new alloy is defined with the ability to replace the currently used steel.

The new alloy developed for use in the turbo-charger housing reduces the nickel content by about 25 wt.%. This minimizes the overall costs as well as the influence of the fluctuating nickel price on the material costs. The material properties of the newly developed alloy were found to be comparable to the commercially used steel grade, without any disadvantages regarding material and part.

The development of new alloys to reduce costs and improve material properties is one the most important engineering advancements in engine design.



*“Vor einigen Jahren noch ging die Fachwelt davon aus, dass die Eigenschaften von Stählen bereits weitgehend ausgereizt sind”.*

Georg Frommeyer, Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Düsseldorf [Schröder 09]

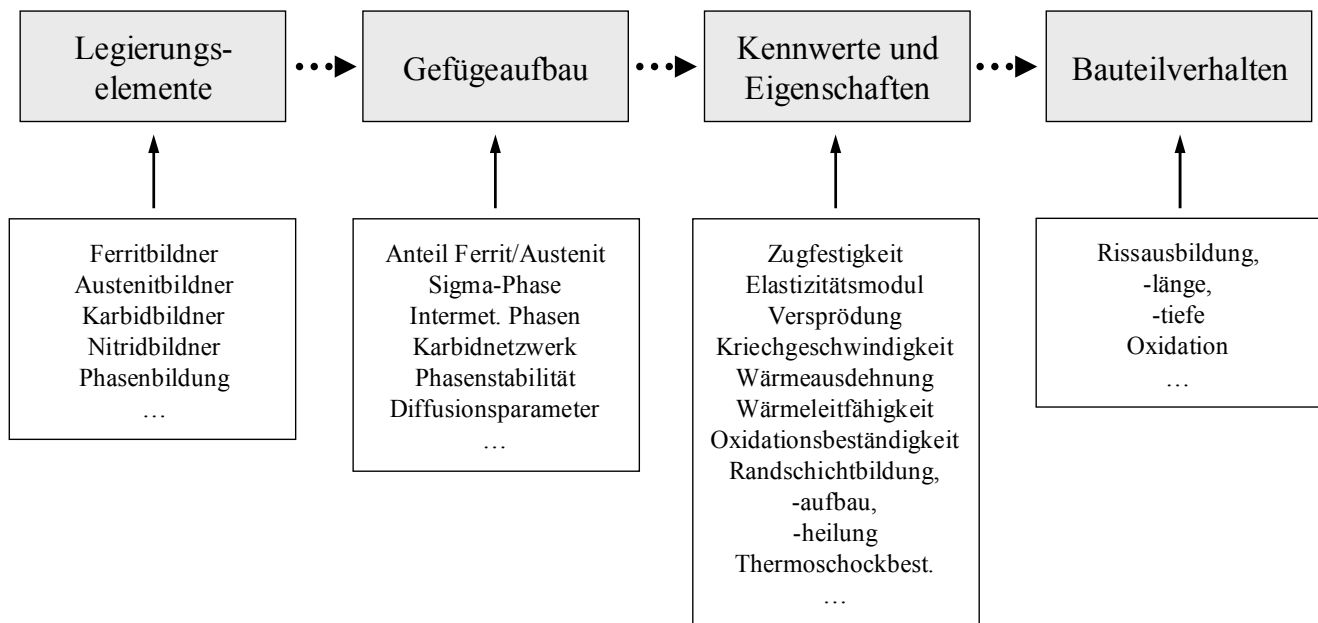
Forscher sind jedoch davon überzeugt, dass die Entwicklungen auch an bereits bekannten Werkstoffen noch lange nicht beendet sind. Mit einem Blick ins Periodensystem und dessen Vielzahl an Elementen bestehen unzählige Werkstoffkombinationen und viele unerforschte Werkstoffsysteme. Neben der reinen chemischen Zusammensetzung bedingt die Konstitution wesentlich die Eigenschaften von Legierungen. Wie Gottstein [10] schreibt, liegt die Vermutung nahe, dass es durch die Abhängigkeiten zwischen Chemie, Mikrostruktur und den daraus hervorgehenden Eigenschaften noch viel Neues zu erforschen gibt, das auch in bereits bekannten Bereichen.

Die Zielsetzung der vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung bzw. die Verifizierung einer Legierung zur Herstellung eines gegossenen Abgasturbolader-Turbinengehäuses (ATL-TG). Hierzu werden die Bereiche Material, Herstellungsprozess und Bauteildesign im Zusammenhang betrachtet. Dies erstreckt sich von einer dem Legierungssystem und dem Bauteil angepassten Gießtechnik bis hin zu den benötigten Eigenschaften bei hohen Temperaturen. Im Hinblick auf die Anforderungen einer zukünftigen Serienanwendung des Gehäuses steht die Charakterisierung verschiedener Legierungen im Vordergrund. Grundlegende Kennwerte und Eigenschaften aus Gefüge-, Zug-, Kriech-, Ermüdungs- und Oxidationsuntersuchungen, aus Härtemessungen, Erstarrungs- und Phasensimulationen, sowie aus Prüfstandsläufen werden zusammengestellt. Häufig sind derzeitige Werkstoffe für den Anlagenbau entwickelt und optimiert worden. Hier beträgt die typische Hochtemperatureinsatzdauer Jahre oder in besonderen Fällen sogar Jahrzehnte. Im Gegensatz dazu befindet sich ein PKW-Motor mit Abgaskrümmern und Turbinengehäusen bei einer Laufleistung von ca. 250000 km und einer angenommenen Durchschnittsgeschwindigkeit von 30 km/h nur etwas über 8000 h auf Maximaltemperatur [Ueta 04]. Um die Funktion des Katalysators zu verbessern, verbrennen Ottomotoren sehr nahe des stöchiometrischen Luft-Benzin-Verhältnisses, was einer Verbrennungstemperatur von ca. 2000°C und im ungekühlten Falle einer maximalen Abgastemperatur von ca. 1050°C entspricht. Diese erhöhten Einsatztemperaturen von über 1000°C haben zwei positive Effekte: die Schadstoffemissionen werden gesenkt [Ueta 04] und der Wirkungsgrad wird angehoben, da dieser bei Wärmekraftmaschinen mit der Temperatur des Arbeitsgases steigt [Danzer 88]. Neben Temperaturspitzen stellen die Hauptbeanspruchungen zahlreiche Temperaturwechsel bei Start-Stopp-Vorgängen und bei Volllastzyklen dar. Temperaturgradienten und Vibrationen erzeugen Risse und Geometrieänderungen, die dann zum Ausfall der Bauteile führen können.

Diese Arbeit bezieht sich sowohl auf die Werkstoffforschung, wo grundlegende Erkenntnisse zu Legierungszusammensetzungen zusammengetragen werden, als auch auf Weiter-Entwicklungen bezüglich deren Eigenschaften. Hier soll mit dem gewonnenen Wissen ein Marktvorteil erzielt werden. In diesem Falle liegt dieser in der Reduzierung der Werkstoffkosten. Derzeit befindet sich der hochlegierte Werkstoff GX40NiCrSiNb38-19 (Nr. 1.4849) bei Temperaturen bis zu 1050°C in Serienanwendung. Mit einem Nickelgehalt von ca. 36 Gew.-% liegt das Kostenpotential bei diesem Werkstoff in der Nicleinsparung. Der derzeitige Kaufpreis für ein Kilogramm Nickel beträgt aktuell ca. 10 € (11/2013). Da Nickel an der Börse gehandelt wird, besteht neben dem hohen Rohstoffpreis auch eine starke Volatilität des Kaufpreises. Ein Hoch von 42,5 € wurde im Mai 2007 beobachtet [Bibus 12, LME 10]. (Für tagesaktuelle Preise siehe [www.lme.com/nickel.asp](http://www.lme.com/nickel.asp).) Bei der geplanten Senkung des Nickelanteils darf es jedoch zu keiner Verschlechterung der Eigenschaften im Einsatz kommen. Um dennoch eine Nickelreduzierung zu realisieren, müssen durch gezielt zulegierte Elemente sowohl das Gefüge stabilisiert werden als auch die geforderten Eigenschaften erhalten bleiben.

Abbildung 1 stellt die Komplexität der Werkstoffentwicklung für die Anwendung im Turbinengehäuse des Abgasturboladers dar. Hauptsächlich bestimmen die Legierungselemente die Gefügeausbildung und dessen Aufbau. Abkühlgeschwindigkeit und andere äußere Bedingungen sind ebenfalls zu

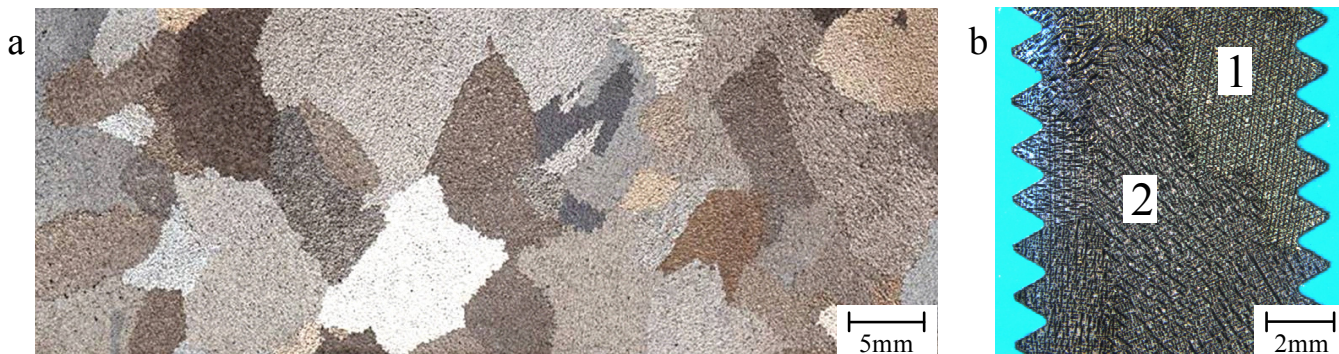
berücksichtigen. Das für jeden Werkstoff spezifische Gefüge bedingt wiederum die zahlreichen Eigenschaften, die sich auch im Bauteil widerspiegeln (Abbildung 1).



**Abbildung 1: Zusammenhang zwischen Aufbau und resultierenden Eigenschaften von Werkstoffen**

Jedes Element alleine oder in Kombination mit anderen kann die verschiedenen Eigenschaften positiv, aber auch negativ beeinflussen. Das heißt, für diesen Zweck bzw. diese Anwendung als Werkstoff im Turbinengehäuse müssen die **relevanten Legierungselemente** klar **definiert** und deren notwendige **Masseanteile bestimmt** werden. Teilweise müssen diese im Bereich des technisch Möglichen auf ein Minimum **beschränkt** werden. Als wichtigste der hier genannten Eigenschaften werden die Kriech-, die Thermoschock- und die Oxidationsbeständigkeit betrachtet, die wiederum mit weiteren Kennwerten im direkten Zusammenhang stehen.

Abbildung 2 zeigt den hitzebeständigen Referenzstahl mit seiner Kornstruktur. Innerhalb der Körner ist ein dendritischer Aufbau zu beobachten. Dessen Gefüge ist wesentlich von den Legierungselementen Chrom und Nickel bestimmt. Durch eine geringe Abkühlgeschwindigkeit hat der Werkstoff genügend Zeit große Körner auszubilden. Korngrößen können allgemein im Bereich von 1 µm bis zu ca. 30 mm (Abbildung 2 a) liegen. Insbesondere bei der Metallographie und der Ermittlung von Werkstoffkennwerten ist diese Erkenntnis wichtig, da ein Schliff bzw. eine Zugprobe im Querschnitt aus wenigen Körnern, bzw. im Extremfall (b) aus nur einem Korn bestehen kann.



**Abbildung 2: a) Kornstruktur GX40NiCrSiNb38-19, b) Gewindebereich einer Zugprobe**

Weitere Daten und Informationen zu diesem Werkstoff sind im Kapitel 5.3 vergleichend mit Alternativlegierungen dargestellt.

Nach einer Einführung in das Thema Aufladung sollen in den folgenden Kapiteln die Vorgehensweise und die experimentellen Methoden während der Legierungsentwicklung aufgezeigt werden. Außerdem wird eine detaillierte Untersuchung von zahlreichen Legierungsvarianten beschrieben, um den Einfluss der einzelnen Legierungselemente zu bestimmen.

Da die in dieser Arbeit vorgestellte Legierungsentwicklung speziell auf das Turboladergehäuse beim Otto-Motor ausgerichtet ist, ist es notwendig, den Grund und somit auch die Rechtfertigung zu nennen, die einerseits der Verwendung eines äußerst teuren Werkstoffes und andererseits einer aufwendigen Werkstoffentwicklung zugrunde liegt. Als Versuchsmotor für die Erprobung neuer Turbinengehäuse wird der Vierzylinder-Ottomotor M271evo von Mercedes-Benz verwendet (Abbildung 3).

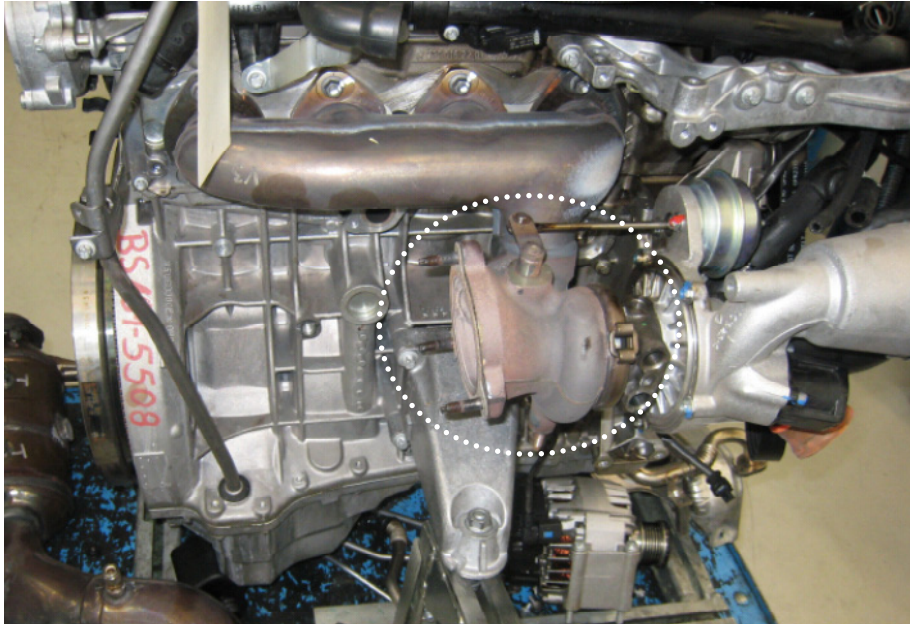


Abbildung 3: Turboladergehäuse am Motor

Im Gegensatz zum seit 2002 in Serie befindlichen M271 mit Kompressoraufladung besitzt die neue Evolutionsstufe Direkteinspritzung und einen Abgasturbolader. Dies wirkt sich zum einen in der Verbrauchsreduzierung im neuen europäischen Fahrzyklus (NEFZ-Zyklus) um 14%, und zum anderen in der Steigerung der Fahragilität aus. Die Leistung wurde auf 150 kW angehoben, das Drehmoment bei 2000 1/min auf 310 Nm gesteigert [Lückert 09].

Nach Simon *et al.* [09] liegt das Luft-Kraftstoff-Verhältnis im Nennleistungspunkt im ungünstigen Fall, wenn ein Teil des Kraftstoffes zur inneren Kühlung verwendet wird, bei ca. 0,75-0,85. Wird dieser nun auf 0,9-1,0 gesteigert, ist ein Kraftstoff-Einsparpotential von ca. 20% möglich. Gleichzeitig steigt die Abgastemperatur auf bis zu 1050°C an [Kallen 01], wodurch auch die Leistungsdichte und somit die Effizienz gesteigert wird [Basshuysen 07]. Mit diesem heißen Abgas wird nun der Abgasturbolader beansprucht. Noch vor kurzem lagen die maximalen Abgastemperaturen bei ca. 970°C. Die Anhebung auf 1050°C bedeutet eine Temperatursteigerung im Bereich von 50 bis 100 K, was ganz neue Ansprüche an die verwendeten Werkstoffe darstellt. Dabei spielen die Festigkeits- und Zähigkeitseigenschaften eine entscheidende Rolle. Bei hohen Betriebstemperaturen muss mit unterschiedlichen Werkstoffzustandsänderungen gerechnet werden. Hinzu kommen eine erhöhte thermomechanische Beanspruchung und Hochtemperaturkorrosion. Bei einer Temperatur von ca. 0,4 T<sub>S</sub> (40% der Schmelztemperatur) ist ein fließender Übergang von zeitunabhängiger zu zeitabhängiger Festigkeit und Verformung zu erwarten. Die Einsatztemperatur mit den gestiegenen Anforderungen bedingt einen hochlegierten und damit kostenintensiven Stahlwerkstoff für das Turboladergehäuse. Durch das hohe Absatzvolumen von 4-Zylinder Motoren wird nach Werkstoffen mit sinkenden Rohstoffkosten gesucht.

Der Abgasturbolader wird neben dem luftspaltisolierten Abgaskrümmers als höchst beanspruchtes Bauteil betrachtet. Im Folgenden werden seine Funktion, die Komponenten und speziell das Turbinengehäuse näher beschrieben. Einsatzanforderungen, verwendete Werkstoffe und die Herstellung der Turbinengehäuse werden einführend erläutert.



## 2.1 Funktion und Komponenten

Im nicht aufgeladenen Fall geht durch Entspannung und Abkühlung der Abgase auf Umgebungsbedingungen Energie in der Auspuffanlage oder an der Atmosphäre verloren. Der Turbolader nutzt einen Teil dieser Energie zum Antrieb einer Turbine. Hier wird im Gegensatz zu einem mechanischen Lader ein Teil der thermischen und kinetischen Abgasenergie in mechanische Energie gewandelt.

In Abbildung 4 wird der Weg des heißen Abgases vom Motor über den Krümmer Richtung Turbine dargestellt. Das hochenergetische Abgas wird in der Volute des Gehäuses verdichtet und treibt das Rad einer Radialturbine an. Im Betrieb wird das Abgas über Katalysator und Schalldämpfer an die Umgebung weitergeleitet. Mittels einer ölgekühlten Welle wird ein Rad im Verdichtergehäuse angetrieben, welches die gefilterte Umgebungsluft ansaugt. Die Luft wird komprimiert und gegebenenfalls über eine Ladeluftkühlung den Brennräumen zugeführt [Habermann 99]. Alle Komponenten müssen gasdicht miteinander verbunden sein. Zwischen Hochtemperaturseite und Zwischenstück ist eine thermische Abschirmung nötig. Als einfachste Form der Ladedruckregelung gilt der turbinenseitige Bypass, das Wastegate, worüber beim Erreichen des nötigen Ladedrucks oder bei Höchstlast das Abgas an der Turbine vorbei in die Abgasanlage geleitet wird, um ein Überdrehen des Laders zu verhindern. Somit kann die Turbine klein genug gewählt werden, um auch bei niedrigen Drehzahlen ein gutes Drehmomentverhalten zu gewährleisten [Mayer 03].

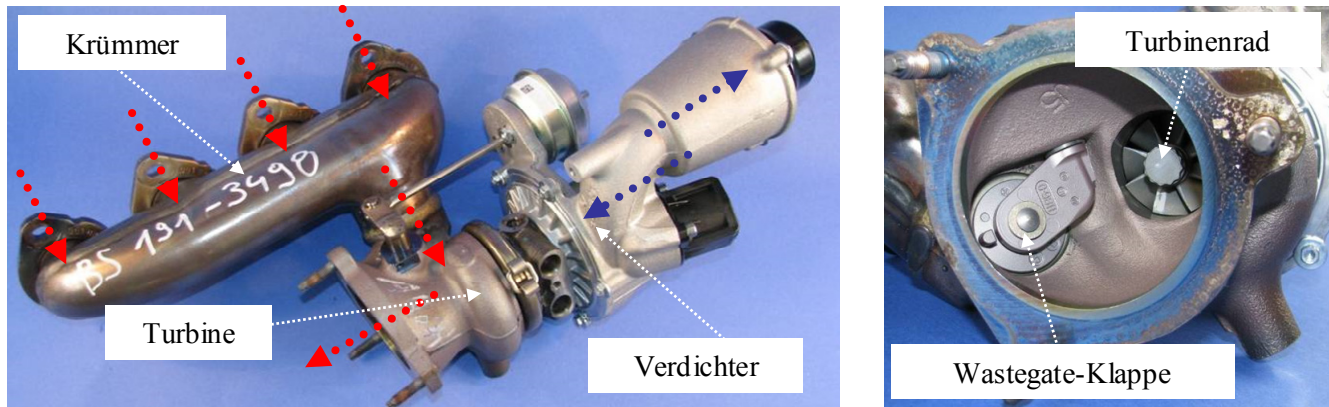


Abbildung 4: Turbolader mit Krümmer, Turbinengehäuse mit Wastegate

Die größere Menge an Luft erhöht nun den Mitteldruck und das Drehmoment. Somit ist es möglich, die Leistungscharakteristik eines 6-Zylinder Motors mit einem 4-Zylinder Motor darzustellen und gleichzeitig die Vorteile von geringerem Gewicht und Reibleistung eines kleineren Motors zu erhalten. Die Leistung eines Motors und die durchgesetzte Luft-Abgasmenge sind direkt proportional.

$$P = V_H \cdot n \cdot p_m \cdot K \quad (1)$$

Die Leistung  $P$  lässt sich durch größeren Hubraum  $V_H$ , höhere Motordrehzahl  $n$  oder eine Vorverdichtung der angesaugten Luft erhöhen. Bei einer Vorverdichtung mittels Aufladung wird die Verbrennungsluft mit Überdruck in die Zylinder gepresst.  $K$  bezeichnet eine Konstante, die motorbedingte Eigenschaften wie z.B. Reibung enthält. Bei gleichzeitiger Erhöhung der Kraftstoffzufuhr erhöht sich der Verbrennungsdruck  $p_m$ . Mit

$$P = 2 \cdot \pi \cdot n \cdot M \quad (2)$$

steigt das Drehmoment  $M$  proportional zum Verbrennungsdruck an.

$$M = V_H \cdot p_m \cdot K \quad (3)$$

Durch die höheren Temperaturen und steigenden Spitzendrücke erhöht sich auch der thermodynamische Wirkungsgrad  $\eta$ , was durch die Minimierung der Ladungswechselarbeit bei höheren Arbeitsdrücken begründet werden kann. Die Wirkungsgradsteigerung des Antriebs bedeutet eine gewichtsspezifische Leistungssteigerung [Hack 03]. Kraftstoffverbrauch und Emissionen sinken. Bei allen chemischen

Prozessen wird mit steigender Temperatur weniger Entropie  $S$  erzeugt; das heißt, die energetische Ausbeute wird günstiger und der thermodynamische Wirkungsgrad des Turboladers und somit des Motors steigt.  $T_2$  spiegelt die Austrittstemperatur zur Abgasanlage,  $T_1$  die Eintrittstemperatur zur Turbine wider.

$$\eta = 1 - \frac{T_2}{T_1} \quad (4)$$

Die Turbinenleistung selbst steigt sowohl mit dem Druckgefälle zwischen Eintritt und Austritt als auch mit zunehmender Abgastemperatur wegen des höheren Energieinhalts an [Mayer 03]. Während bei den ersten Fahrzeugen mit Turbolader die Leistungssteigerung im Fokus war, steht nun vor allem die Senkung des Kraftstoffverbrauchs im Vordergrund. Durch ein höheres Drehmoment und eine größere Endleistung ist eine längere Getriebeuntersetzung möglich. Im Gegensatz zu großen Saugmotoren hat der kleinere Lademotor geringere Pump- und Reibungsverluste. Der Lademotor bedingt eine Gewichtsminderung des Fahrzeugs. Die Massereduzierung des Motorblocks führt zur Verkleinerung anderer Fahrzeugkomponenten, wie Motoraufhängung und Getriebe. Durch die Erhöhung der Abgastemperatur auf 1050°C kann außerdem auf die sogenannte Vollastanfettung verzichtet werden. Hier wird nach der Verbrennung Kraftstoff zu Kühlzwecken in die Zylinder eingespritzt. Die Realisierung dieser Aspekte wurde durch den Fortschritt in der Motorelektronik wie einer effizienten Ladedruckregelung und einer Klopfüberwachung ermöglicht. Durch Downsizing steigen der Volllastanteil und die Wärmestromdichte. Außerdem kann die Lastkurve der Motorbetriebspunkte in Richtung steigender Wirkungsgrade verschoben werden [Kallen 01].

## 2.2 Turbinengehäuse

Der Fokus dieser Arbeit liegt auf der Validierung eines Werkstoffes für dieses Einsatzgebiet und der Herstellung der Turbinengehäuse. Die Geometrie des Gehäuses entspricht der des Serienmotors M271evo. Neue, innovative Werkstoffkonzepte sind nötig, um die steigenden Anforderungen auch zukünftig weiter erfüllen zu können.

### 2.2.1 Anforderungen

Die häufigsten Schäden am Turbinenlaufrad und Turbinengehäuse sind aufgrund von mechanischen Belastungen wie Vibrationen, dem Staudruck und von thermozyklischen Belastungen durch wechselnde Abgastemperaturen von 100°C bis zu 1050°C zu finden. Diese führen zu hohen induzierten Spannungen. Vor allem das Turbinengehäuse ist wegen der Temperaturamplituden und -gradienten, verbunden mit einer lokalen Dehnungsbehinderung beim Aufheizen und Abkühlen, den höchsten Belastungen ausgesetzt [Scharf 09]. Beim Aufheizen kann die Druckfließgrenze des Materials überschritten werden. Dies führt zu lokalen plastischen Verformungen, welche wiederum beim Abkühlen Risse im Material verursachen. Diese Spannungen überschreiten die stationären Endspannungen um ein Vielfaches. Allgemein gilt bei der Materialauswahl bei Temperaturen von bis zu 1050°C, dass die Legierung gute mechanische Eigenschaften, d.h. eine möglichst hohe Warmfestigkeit haben sollte, keine Gefügeveränderungen und damit verbundene Änderungen der physikalischen Eigenschaften zeigt, bei der z.B. spröde Phasen entstehen, und eine hohe Beständigkeit gegen Verzunderung und Korrosion bzw. Oxidation aufweist. Auch wirken Wärmeausdehnungskoeffizienten  $\alpha$  von kleiner als  $17 \times 10^{-6} \text{ 1/K}$  positiv, da dies thermische Dehnungen reduziert. Dabei ist zu beachten, dass sich Eigenschaften gegenseitig beeinflussen. Deshalb muss ein zufriedenstellender Kompromiss teilweise gegenläufiger Eigenschaften gefunden werden. Tabelle 1

zeigt mechanische Werkstoffkennwerte der zurzeit in Serie eingesetzten Referenzlegierung GX40NiCrNb38-19 bei verschiedenen Temperaturen.

**Tabelle 1: Werkstoffkennwerte aus Zugversuchen für GX40NiCrSiNb38-19 [Norm a]**

Prüftemperatur [°C]	Zugfestigkeit [MPa]	Streckgrenze [MPa]	Gesamtdehnung [%]
20	440	220	4
950	104	78	18
1000	83	68	28

Die Langzeiteigenschaften werden aus standardisierten Kriechversuchen entnommen. Tabelle 2 gibt sowohl die Spannung an, bei der die Probe nach 100 h bzw. 1000 h bricht ( $\sigma_r$ ), als auch die Spannung, bei der sich die Probe nach 10000 h um 1% verlängert hat ( $\sigma_{1\%}$ ).

**Tabelle 2: Kriecheigenschaften GX40NiCrSiNb38-19 bei 900°C [Norm a]**

Temperatur [°C]	Zeit [h]	mittlere Spannung [MPa]
900	100	$\sigma_r = 49$
	1 000	$\sigma_r = 36$
	10000	$\sigma_{1\%} = 20$

Neben diesen mechanischen Kennwerten spielen auch Oxidation bzw. Verzunderung, Versprödung, Werkzeugverschleiß in der Bearbeitung und Schweißbarkeit eine wichtige Rolle. Einfluss auf Oxidation und Verzunderung hat neben der Temperatur auch die Zusammensetzung des Abgases (Tabelle 3).

**Tabelle 3: Abgaszusammensetzung des Otto-Motors im ausgewogenen Betrieb [Balzer 00]**

Bestandteil		Anteil [Masse-%]
Stickstoff		72,3
Sauerstoff		0,7
Wasserdampf		12,7
Argon und andere Edelgase		1
Kohlendioxid		12,3
1% Schadstoffe	Feststoffe (Ruß)	0,005
	Kohlenwasserstoffe	0,05
	Stickoxide	0,085
	Kohlenmonoxid	0,85

Besonders Kohlenstoff, der in Form von CO<sub>2</sub> im Abgas vorhanden ist, kann zu einer besonderen Form der Oxidation führen, dem „Metal Dusting“, einer Bildung von feinen Partikeln auf der Werkstoffoberfläche, die tendenziell abplatzen. Natürlich darf nicht vergessen werden, dass sich der Oxidationsangriff an der Außenseite des Turbinengehäuses durch den Luftsauerstoff grundlegend anders verhält als an der Abgasseite und deshalb gesondert betrachtet werden muss.

## 2.2.2 Werkstoffe und Herstellung

Turboladerwerkstoffe auf Eisenbasis werden im Allgemeinen nach ihrer Einsatztemperatur unterschieden. Grauguss mit Kugelgraphit, z.B. GJS 40 wird bis maximal 680°C eingesetzt. GJL (Gusseisen mit Lamellengraphit) ist durch sein durchgehendes Graphitnetzwerk stark oxidationsanfällig und deshalb auf Temperaturen bis max. 750°C begrenzt. Bei GJS SiMo 5 1 (Gusseisen mit Kugelgraphit) wird diese minimal auf ca. 760°C erhöht. Der weiterentwickelte GJV SiMo 4,5 0,6 (Gusseisen mit Vermikulargraphit) und Varianten davon, bzw. der durch den hohen Nickelgehalt teure GJSA NiCrSi 20 2 2 (austenitisches Gusseisen, auch Niresist D2) wird bis 850°C eingesetzt.



Begrenzender Faktor beim Werkstoff SiMo ist die Umwandlungstemperatur [Kallen 01]. Bei Erhöhung des Nickel-Gehaltes kann diese Temperatur beim GJSA NiSiCr 35 5 2 (Niresist D5S) um 50°C im Vergleich zum Niresist D2 gesteigert werden. Für Temperaturen bis ca. 1050°C kommen austenitischer Stahlguss oder Nickelbasislegierungen in Frage [Mayer 03, Staneff 07]. Allgemein wird für hochlegierte austenitische Stähle und Nickelbasislegierungen jedoch ein Anwendungsbereich von 550-1200°C angegeben [Krupp 99]. Dies bedeutet, dass auch im System der Austenite große Unterschiede hinsichtlich ihres Verhaltens bei Temperaturbeanspruchung bestehen. Der Werkstoff GX40NiCrSiNb38-19 zählt mit seinem hohen Nickelgehalt von 36 bis 39 Gew.-% zu den austenitischen Stählen und wird bereits in Serie bei Abgastemperaturen von bis zu 1050°C eingesetzt. Darüber hinaus stehen nur noch besondere Nickelbasislegierungen wie Nicrofer 5120 CoTi, Alloy C263 oder Nicrofer 6025 (der bis zu 16 h mischkristall- und karbidausgehärtet wird) zur Verfügung [Walner 09]. Austenitische Werkstoffe haben gegenüber ferritischen Werkstoffen eine bessere Zeitstandfestigkeit, Temperaturwechselbeständigkeit, Gießbarkeit und Schweißbarkeit [Kallen 01]. Nach Staneff *et al.* [07] ist ein wesentlicher Werkstoffparameter bei Turbinengehäusen das 10000 h Zeitstandverhalten, wobei Edelstähle ein wesentlich höheres Potential als beispielsweise der Werkstoff Niresist aufweisen. Für die guten Zeitstandfestigkeiten sind vor allem die im Gefüge gebildeten Karbide von Bedeutung, die z.B. in den DIN-Werkstoffen GX40CrNiSi25-20 (Nr. 1.4848) und GX40NiCrSiNb38-19 (Nr. 1.4849) zu finden sind. Nach Kallen *et al.* [01] ist jedoch zu berücksichtigen, dass ertragbare Temperaturen meist nur ungenau bestimmt werden können und deshalb in einem Streubereich von min. 50°C liegen. Daher ist es unvermeidlich, die maximalen Einsatztemperaturen der Werkstoffe für jede Anwendung und jede Geometrie zu verifizieren. Die Konstruktion der Bauteile kann die Maximaleinsatztemperatur erhöhen oder erniedrigen. Wesentliche Einflussfaktoren hierfür sind Wandstärken, Radien, Befestigungen und die Strömungsführung im Bauteil.

Neben Design- und Werkstoffvarianten gibt es auch unterschiedliche technische Ausführungen. Turbolader mit verstellbarer Turbinengeometrie werden vor allem bei Diesel-Anwendungen bevorzugt, da hier die Temperaturen wesentlich geringer sind und somit die Verstellschaufeln weniger angegriffen werden. Turbinen mit verstellbarer Schiebehülse stellen eine interessante Variante dar, die aufgrund der weniger filigranen Bauweise für höhere Temperaturen geeignet sein könnte. In den folgenden Ausführungen wird jedoch ausschließlich die Bauweise mit Wastegate bzw. Bypass betrachtet. Diese Bauform ermöglicht in ihrer einfachsten Bauart einen selbstregelnden Ladedruck, der frischluftseitig durch Druckventile gesteuert wird.

Auch beim Herstellungsverfahren gibt es diverse Varianten. Geschmiedete, aus Blechschalen verschweißte TGs, Feingussgehäuse und konventionell gegossene Turboladergehäuse, wobei die letzte Variante den größten Anteil ausmacht [Simon 09]. Beim Gießen des Gehäuses inklusive Krümmers in einem Bauteil kann durch optimierte Temperaturverläufe und kurze Gaswege das Ansprechverhalten des Antriebs deutlich verbessert werden. Wichtig für den Gießprozess sind die Gießvorrichtungen, die Formen, das Ausgangsmaterial, die Formfüllung und die Erstarrung. Die Verarbeitung von Edelstahl bedingt jedoch hohe Prozesskosten. Geringe Wandstärken, hohe Oberflächengüten und hohe Stückzahlen erschweren die Gießtechnik [Kallen 01]. Um eine Serienfertigung zu ermöglichen, ist es deshalb nötig, Prozesse, Verfahren und auch die Anlagenauslastung zu optimieren [Staneff 07]. Dies kann durch das in Kapitel 3.1.3 beschriebene Niederdruckgießen erreicht werden.

### 3 Eisen und Stahl

Werkstoffe zeichnen sich durch Charakteristika aus, welche über ihre mechanischen und thermophysikalischen Eigenschaften definiert werden. Diese Attribute werden durch die besonderen Bindungskräfte zwischen den einzelnen Metallatomen bestimmt. Beim Zulegieren von Nichtmetallen können die Legierungen ihre metallischen Eigenschaften beibehalten. Besonders Eisen-Basislegierungen weisen Fähigkeiten auf, die im Rahmen dieser Arbeit näher betrachtet werden. Die Vielzahl an verschiedenen Gefügebrauformen macht diesen Werkstoff äußerst variabel einsetzbar. Unterschiedlich große Legierungsatome im Vergleich zu den Eisenatomen unterbrechen das geordnete

Gittergefüge und blockieren die Gleitebenen. Deshalb werden Gleitvorgänge, die zur Verformung führen, behindert. Speziell die Fähigkeit von Legierungselementen bestimmte Phasen zu formen oder zu stabilisieren, ermöglicht gezielt Werkstoffe für diverse Einsatzzwecke zu entwerfen. Die wichtigsten Elemente, die als Legierungszusätze in Stählen zum Einsatz kommen, werden in die Gruppen Austenit-, Ferrit-, Karbid- und Nitridbildner eingeordnet.

Der erste Teil dieses Kapitels umfasst die Grundlagen zum Thema Werkstoff und die Auswahl von Eisen als Basiselement. Des Weiteren wird das System Eisen-Kohlenstoff und der Einfluss der Legierungselemente, die aus der Literatur bekannt sind, erläutert. Die aus deren Zusammensetzung resultierenden Werkstoffe und die Gießtechnik schließen das Kapitel ab.

Die Themen des zweiten Teils sind die Mechanismen, die zu einer Werkstoffschädigung führen können. Vor allem Verformung, Kriechen, thermische Ermüdung und Hochtemperaturkorrosion müssen näher betrachtet werden. Besonderes Interesse liegt hier auf den Eigenschaften und das Temperaturverhalten von austenitischen Werkstoffen.

### 3.1 Grundlagen Werkstoff

Einleitend wird das Werkstoffkonzept dieser Arbeit allgemein erläutert. Weiterhin umfasst das Kapitel die Grundlagen zum Thema Stahl, wie das Eisen-Kohlenstoff-Diagramm, die Legierungselemente, verschiedene Eisenbasislegierungen, sowie die Gießtechnik und die Erstarrungsmorphologie.

Beim Entwurf eines neuen Werkstoffkonzepts steht an erster Stelle die Wahl des Basiselements. Für eine technische Anwendung im Serieneinsatz ist allerdings nur eine begrenzte Auswahl verfügbar. Zinn, Blei, Zink, Magnesium, Aluminium, Gold, Kupfer und Magnesium können aufgrund zu geringer Schmelztemperaturen ausgeschlossen werden. Nickel, Kobalt und Platin sind wegen der sehr hohen Materialkosten für die beschriebene Serienanwendung nicht wirtschaftlich. Die geringe Festigkeit und die Versprödungsneigung bei Temperaturen größer 600°C lässt Titan ausscheiden. Zirkon, Vanadium, Hafnium, Molybdän, Tantal und Niob besitzen bei Einsatztemperaturen höher 800°C eine ungenügende Oxidationsbeständigkeit. Die hohe Dichte und eine starke Oxidation bei  $T > 1000^\circ\text{C}$  machen Wolfram ungeeignet. Chrom als Basiselement ist aufgrund des hohen Preises im Vergleich zu Eisen auszuschließen. Weiterhin können Metalle mit hoher Sauerstoffaufnahme in sauerstoffhaltigen Atmosphären nicht langfristig bei entsprechend hohen Temperaturen eingesetzt werden. Nb, Ta und Mo fördern hier einen sehr starken Oxidationsangriff. Bei Temperaturen höher als 1000°C verbleiben somit lediglich Legierungen auf Fe-Basis. Neben den Eigenschaften des jeweiligen Basiselements muss auch eine gute Legierbarkeit und Gießbarkeit bei der Auswahl berücksichtigt werden. Da Hochtemperatur-Keramiken sehr spröde sind, ist Eisen als Basiselement die Grundlage dieser Untersuchungen [Bürgel 06].

Die größte Gruppe der Eisenbasis-Legierungen stellen die Chrom-Nickel-Werkstoffe dar. Diese können in ferritische, martensitische, austenitische und ferritisch-austenitische Gefügetypen eingeteilt werden. Grundlage für die unterschiedlichen Gefügeausprägungen ist die Eigenschaft des Eisens, je nach den gegebenen Randbedingungen den kubisch flächenzentrierten (kfz.) Austenit und / oder den kubisch raumzentrierten (krz.) Ferrit zu bilden. Dies wird als Polymorphie bezeichnet. Die Metalle und Legierungen treten in Abhängigkeit der Temperatur in verschiedenen Gittertypen auf [Merkel 08]. Die Kristallbaufehler, insbesondere Versetzungen bestimmen in beiden Typen den Großteil der mechanischen Eigenschaften. Die einfachste Form dieser Fehler sind Leerstellen, Zwischengitter- und Substitutionsatome. Weiterhin werden auch Korngrenzen, die Grenzen zwischen Bereichen unterschiedlicher Orientierung aber gleicher Kristallstruktur, als Kristallbaufehler bezeichnet. Mittels geeigneter Ätzung sind diese bei grobkörnigem Gefüge bereits mit bloßem Auge erkennbar. Verschiedene Gefügebestandteile, Phasengrenzflächen, Einschlüsse, Dendritenzwischenräume und Ausscheidungen beeinflussen wesentlich das Verhalten der Werkstoffe.

Allgemein lässt sich die Gruppe der rostfreien Stähle mit mindestens 10,5 Gew.-% Cr und korrosionsbeständige Stähle ab ca. 12 Gew.-% Cr [Llewellyn 98] folgendermaßen einteilen:

Tabelle 4: Beispielstähle, Angaben in Gew.-% nach [Llewellyn 98]

Gefüge	martensitische Stähle	ferritische Stähle	austenitische Stähle	Duplex austenitische ferritische Stähle
Bsp.	FeCrC(NiMo)	FeCrMo	FeCrNi(Mo)	FeCrNi(Mo)N
Cr	11,5 bis 18	10,5 bis 30	16 bis 28	16 bis 28
C	0,15 bis 1,2	<0,08	<0,08	<0,03
Mo		bis 4		bis 4,5
Ni			3,5 bis 32	2,5 bis 8
Eigenschaften	härtbar zu hohen Festigkeiten, magnetisch	nicht härtpar, magnetisch, hohe Korrosions- beständigkeit	nicht härtpar, gute Korrosionsbe- ständigkeit, Duktilität und Zähigkeit	magnetisch, im Vergleich zu austenitischen Stählen höhere Zugfestigkeit und Dehngrenze

Mit ca. 12 Gew.-% Cr ist Martensit bei diesen Stählen bei Raumtemperatur stabil. Bei 1050°C ist das Gefüge austenitisch. Die Temperatur für Martensit Start / Martensit Ende ist hoch genug, um eine komplette Umwandlung in Martensit bei der Abkühlung auf Raumtemperatur zu ermöglichen. Diese begründet auch die guten Möglichkeiten der Wärmebehandlung.

$$M_s(^{\circ}\text{C}) = 539 - 423C - 30,4Mn - 17,7Ni - 12,1Cr - 7,5Mo \quad (5)$$

Bei 17 Gew.-% Cr ist Ferrit stabil. Das Gefüge ist auch bei 1050°C ferritisch. Es findet keine Umwandlung bei Abkühlung statt. Bei 18 Gew.-% Cr und gleichzeitig 9 Gew.-% Ni ist Austenit stabil. Das Gefüge bei 1050°C ist austenitisch, die Martensit Start und Martensit Ende Temperatur liegt im Bereich  $T < 0^{\circ}\text{C}$ . Es ist lediglich eine durch Deformation induzierte Martensitbildung möglich. Bereits bei einem Nickelgehalt  $> 4$  Gew.-% liegt die  $M_s - M_E$  Temperatur unter null. Austenit und Ferrit stabilisierende Elemente verringern die  $M_s - M_E$  Temperatur. Duplex-Stähle stellen eine Zwischenstruktur dar, in der Austenit und Ferrit stabil vorliegen. Das Verhältnis wird von den beteiligten Legierungselementen und der Abkühlgeschwindigkeit bestimmt.

Die folgenden Kapitel beschäftigen sich nun ausführlich mit den Auswirkungen der Legierungselemente auf die Werkstoffe. Gießtechnik, Erstarrung und Gefüge werden näher beschrieben.

### 3.1.1 System Eisen - Kohlenstoff

Grundlage für das Verständnis von Stahl-Werkstoffen bildet das System Eisen-Kohlenstoff. Im Falle von Fe-C entstehen interstitielle Mischkristalle. Der Kohlenstoff befindet sich bei kfz. Metallen, wie z.B. dem Austenit in den Oktaederlücken (Abbildung 5).

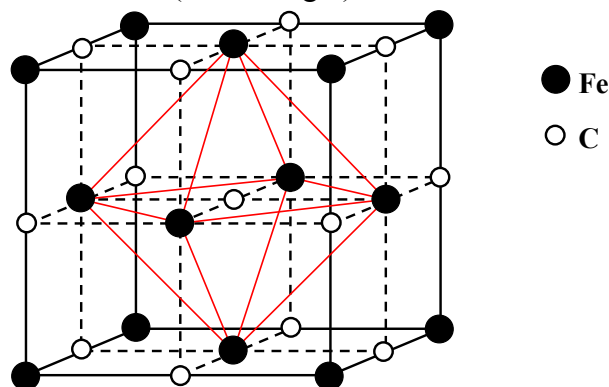


Abbildung 5: Aufbau Fe-C; interstitielle Mischkristalle

Der Werkstoff Stahl ist eine Legierung aus Eisen und bis zu 2,06 Gew.-% Kohlenstoff. Die Schmelztemperatur von reinem Eisen liegt bei 1538°C. Je nach Kohlenstoffgehalt ändert sich die

Schmelztemperatur. Beim Zulegieren von weiteren Elementen kann diese wiederum sinken oder aber ansteigen. Die Charakteristik des Eisenkohlenstoffdiagramms (EKD) wird durch die verschiedenen Modifikationen des Eisens und die temperaturabhängige Löslichkeit des Kohlenstoffs hervorgerufen [Seidel 06]. Art, Anteil und Verteilung im Gefüge bestimmen die Eigenschaften von Eisenwerkstoffen. Die folgenden Diagramme werden mit der Phasensimulationssoftware Pandat® erstellt. In Abbildung 6 ist dem simulierten stabilen Diagramm das metastabile EKD mit Eisen (Fe) und Zementit ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) überlagert (unterbrochene Linien), was durch eine rasche Abkühlung ohne Schmelzebehandlung hervorgerufen wird. Zementit ist eine Eisenkohlenstoffverbindung (Eisenkarbid) mit einem Kohlenstoffgehalt von 6,67 Gew.-%. Im stabilen System liegt Kohlenstoff in Form von Graphit vor, der je nach Schmelzebehandlung Lamellen- oder Kugelform aufweist. C-Gehalte betragen hier ca. 4 Gew.-%. Die eutektische Linie liegt bei 1153°C.

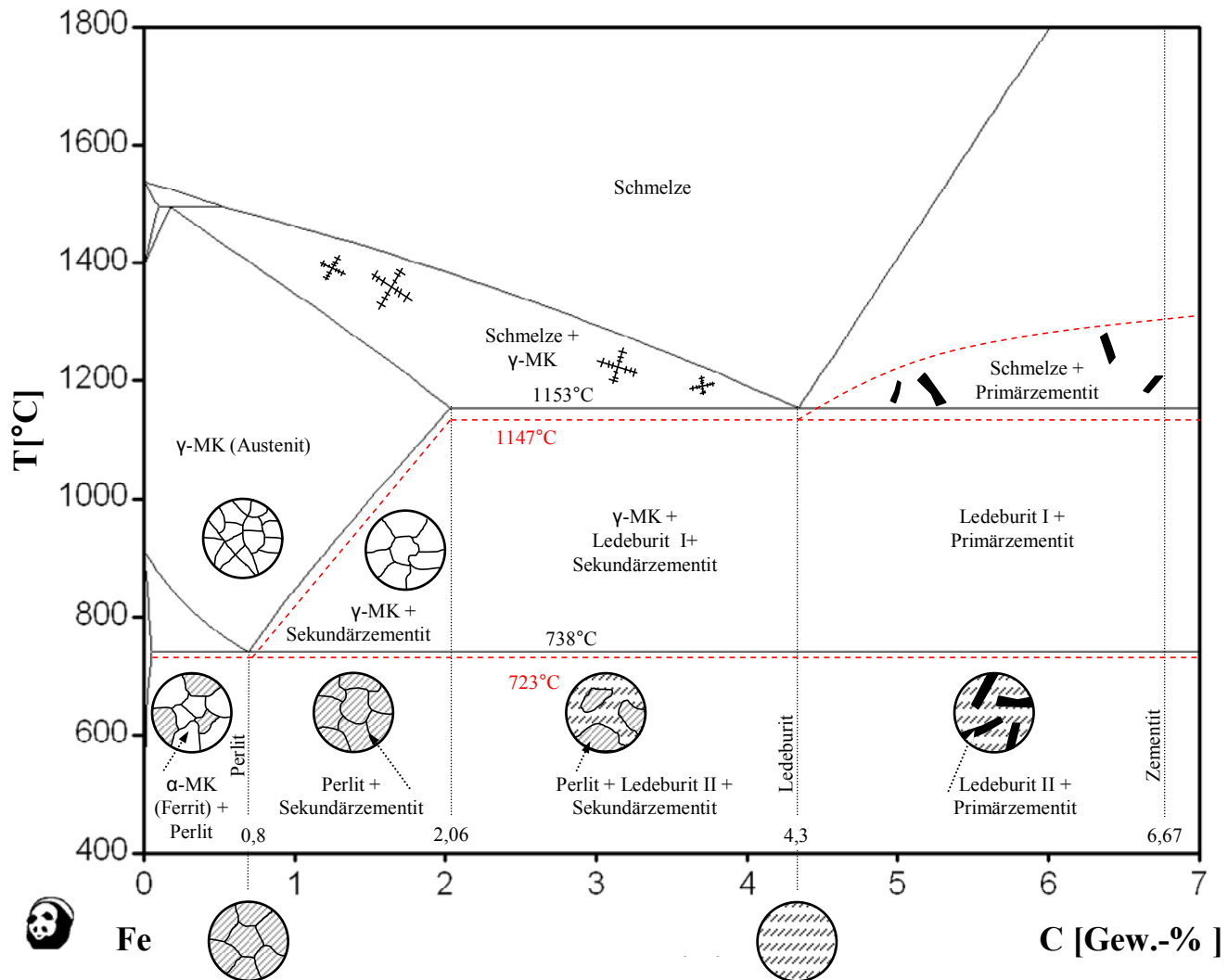


Abbildung 6: stabiles und metastabiles EKD nach [Bargel 08, Degner 07, Diltney 07]; erstellt mit Pandat®

Weder Zementit als spröde Phase, noch Graphit, der wie Hohlräume im Gefüge wirkt, sind erwünschte Gefügebestandteile von Hochtemperaturlegierungen. Bei ca. 740°C ist im Gleichgewicht bei der Erstarrung mit einer Umwandlung von Austenit ( $\gamma$ ) in Ferrit ( $\alpha$ ) zu rechnen. Diese Linie wird im Betrieb beim Aufheizen und Abkühlen des Werkstoffs ständig überfahren. Die Umwandlung muss unterbunden werden, da die damit verbundenen Spannungen den Werkstoff schädigen. Ermöglicht wird dies durch weitere Legierungselemente (siehe Kapitel 3.1.2). Abbildung 7 zeigt vergrößert den Bereich von 0 bis 0,5 Gew.-% C. Der Großteil der untersuchten Legierungen liegt bei ca. 0,3 Gew.-% Kohlenstoff.

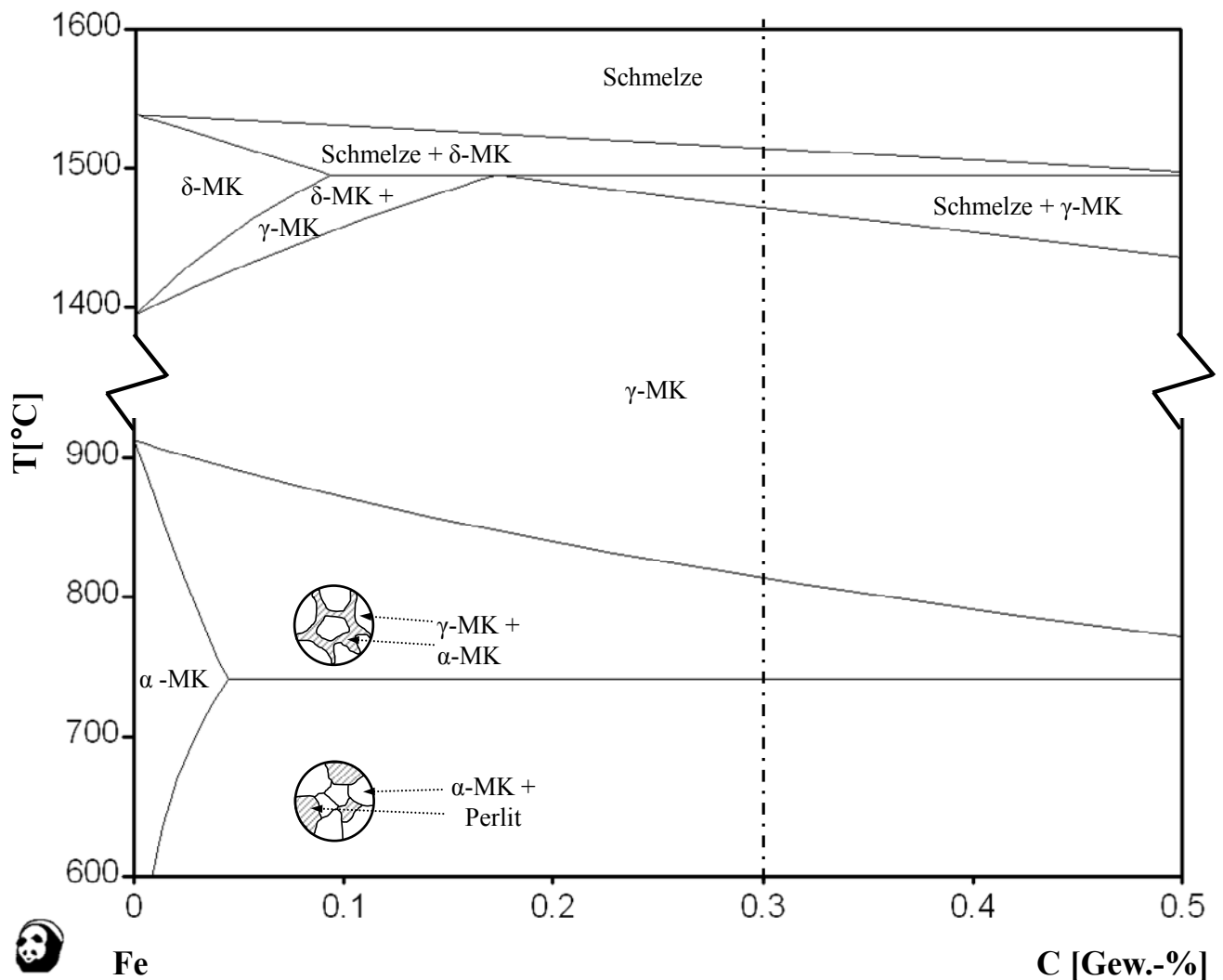


Abbildung 7: EKD mit 0-0,5 Gew.-% C nach [Bargel 08, Degner 07]; erstellt mit Pandat®

Die  $\alpha$ -Mischkristalle sind ein magnetisierbarer, raumzentrierter Gefügebestandteil, der sich bei der Erstarrung des Stahls oder durch Umwandlung aus Austenit oder  $\sigma$ -Phase bildet. Sie besitzen eine hohe Festigkeit und sind sehr gut kaltumformbar. Bei erhöhten Temperaturen ab ca. 600°C fallen Festigkeits- und Zeitstandseigenschaften jedoch stark ab. Ferritische hitzebeständige Stähle mit reiner Ferritmatrix neigen zu irreversibel starkem Kornwachstum bei ca. 950°C [ThyssenKrupp 07, Llewellyn 98].  $\alpha$ - und  $\delta$ -Eisen sind beide krz., haben aber geringfügig unterschiedliche Atomabstände (0,286 nm, verglichen mit 0,296 nm) [Weißbach 07]. Ferritische Chromstähle sind bei Beanspruchungen durch Temperaturwechsel nicht geeignet [Liesenberg 92]. Die Bildung von Delta-Ferrit bei hohen Temperaturen ist unerwünscht, da durch eine Anlagerung an den Korngrenzen die Tendenz zur Versprödung des Werkstoffs besteht. Allgemein haben Ferrite eine wesentlich geringere Zeitstandfestigkeit und geringere Temperaturwechselbeständigkeit als Austenite [Simon 09]. Austenite besitzen wegen einer kfz. dicht gepackten Struktur eine höhere Kriechfestigkeit als Ferrite [Rösler 06]. Eine eventuell auftretende Umwandlung von krz. zu kfz. ist eine sprunghafte Volumenänderung und führt zu starker Abplatzung eventuell vorhandener Oxidschichten. Austenit als kfz. Eisen ist unmagnetisch und auch sehr gut umformbar. Der stabile Austenit besteht komplett aus  $\gamma$ -Mischkristallen. Der Nachteil der austenitischen Stähle ist ihre relativ geringe Streckgrenze. Das höhere Schwindmaß bei Austenit von je nach Zusammensetzung über 2% beruht auf dem hohen Ausdehnungskoeffizienten im Vergleich zu ferritischen Stählen. Auch die Wärmeleitfähigkeit ist geringer [Weißbach 07].

Weitere Legierungselemente haben großen Einfluss auf die Gleichgewichtstemperaturen im EKD.

### 3.1.2 Legierungselemente in Gusseisen und Stählen

Die Legierungselemente beeinflussen ganz wesentlich die Eigenschaften eines Werkstoffes. Dieses Kapitel widmet sich den wichtigsten Wirkungsweisen der einzelnen Elemente, wie der Stabilisierung von Gefügeformen und die Veränderung der chemischen und mechanischen Eigenschaften. Auch der Preis der jeweiligen Legierungselemente ist natürlich bei Serienanwendungen insbesondere bei großen Stückzahlen ein wichtiger Faktor. Bei GX40NiCrNb38-19 führt vor allem Nickel zum hohen Rohstoffpreis. Als Beispiel werden in Tabelle 5 die Kosten vom November 2007 aufgeführt, wo die Nickelkosten nach einem Hoch gerade wieder deutlich sinken.

Tabelle 5: Kosten Legierungselemente (November 2007) [metalprices 07]

Element	Fe	Al	Mn	Cr	Ni	W	V	Co	Mo
Preis €/Tonne	300	3000	3150	8000	29000	33000	39000	66000	74000

Während beispielsweise in unlegiertem Stahl bei Raumtemperatur ein ferritisches Gefüge mit krz. Gitter vorliegt, kann durch die Zugabe von Elementen wie Nickel, das kfz. Gitter des Austenits bei niedrigen Temperaturen beibehalten werden. Ebenso kann die Beständigkeit gegenüber Hochtemperaturkorrosion positiv beeinflusst werden. Abbildung 8 zeigt allgemein die Wirkungsweise austenit- und ferritstabilisierender Elemente. Diese bestimmen die Bildung und Temperaturstabilität von Austenit und Ferrit.

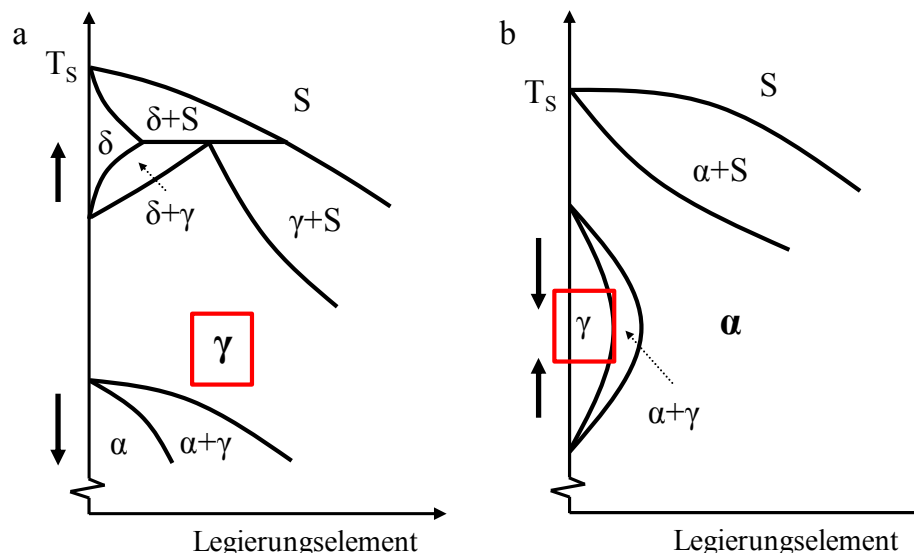


Abbildung 8: Auswirkung a) austenitstabilisierender, b) ferritstabilisierender Legierungselemente auf das EKD; nach [Roos 08]

Ferritstabilisierende Elemente wie Cr, Mo, V, Si, Al, P, S, Sn und B erweitern das Ferritgebiet im Extremfall bis zur Abschnürung des Austenitgebietes. Austenitstabilisierende Elemente wie C, Mn, Ni, Cu, N, Co und Zn können bei genügend großer Konzentration das Austenitgebiet bis zur Raumtemperatur und darunter aufweiten. Werden jedoch mehrere Legierungselemente zugesetzt, wirken diese in Kombination und können sich gegenseitig verstärken oder auslöschen [Bürgel 06]. Allgemein können diese Elemente in drei Kategorien eingeteilt werden [Shinoda 73]. Die Legierungselemente C, N und B sind interstitiell in der Austenit-Matrix löslich. Ti, Nb und V sind karbidstabilisierend und Ni, Cr, Mo und Cu gelten als Substitutions-Elemente. Wie auch schon beim System Fe-C beschrieben, liegt bei Legierungen der Löslichkeitsbereich in einem großen Intervall. Dabei wird die zulegierte Komponente in Form von interstitiellen Mischkristallen und Substitutionsmischkristallen (beim Großteil der binären Systeme) ins Matrixgitter eingebaut. Da die Atome oftmals größer als die vorhandenen Lücken sind, führt dies zu elastischen Verzerrungen in der Gitterstruktur. Als Voraussetzung für eine gute Löslichkeit bei Substitutionsmischkristallen können die Hume-Rothery Regeln herangezogen werden. Diese gehen von einer guten Löslichkeit aus, wenn der



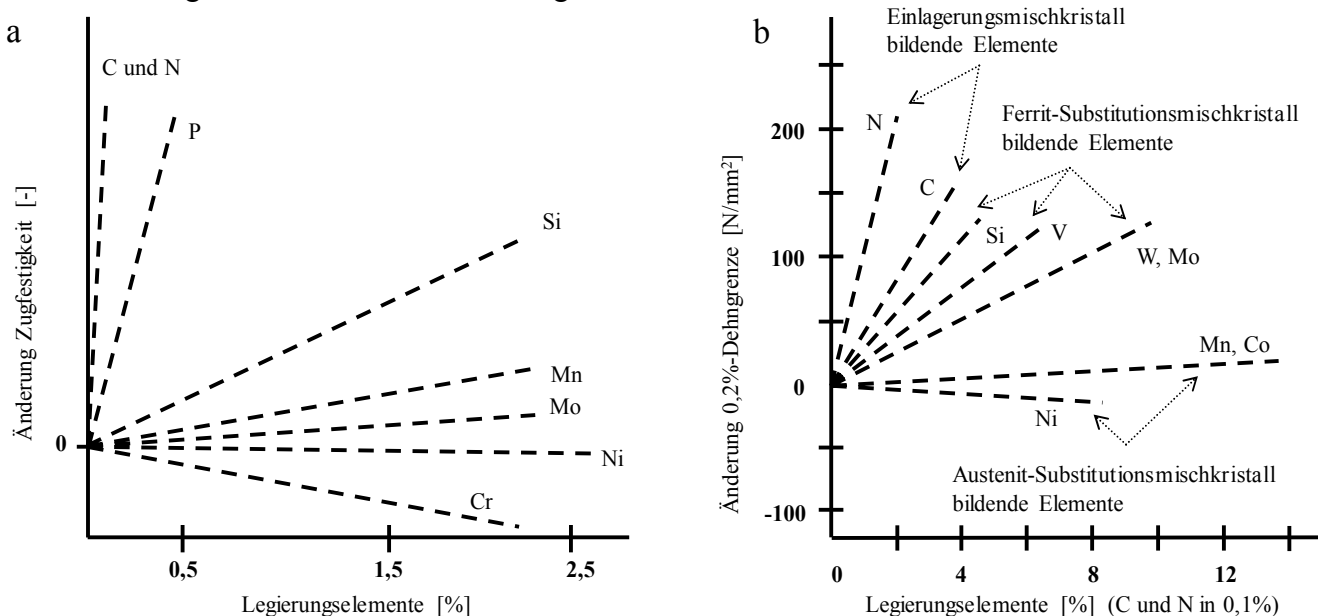
Atomradienabstand kleiner als 15% beträgt und ein kleiner Unterschied in der Elektronegativität und der Zahl der Valenzelektronen vorherrscht. Tabelle 6 zeigt diese Werte für einige wichtige Elemente.

**Tabelle 6: Bewertung der Löslichkeit von Substitutionsmischkristallen [Hornbogen 06]**

	Atomradius [pm]	Elektronegativität [eV]	Zahl Valenzelektronen
Fe	124	1,83	8
Ni	125	1,91	10
Cr	125	1,66	6
W	137	2,36	5
Nb	143	1,6	6

Treffen diese Regeln nicht zu, steigt die Tendenz zur Bildung von intermetallischen Phasen, die stöchiometrisch in einem engen Bereich liegende Gefügebestandteile mit einer definierten Struktur beschreiben. Dazu zählen sogenannte Laves-Phasen, die zur sogenannten Teilchenverfestigung führen und die Versetzungsbewegung behindern. Jedoch können diese Phasen bei ungünstiger Verteilung im Gefüge auch zur Versprödung des Materials führen. Im Fall der Ausscheidungshärtung trennen Phasengrenzen die Ausscheidungen von der Matrix. Diese Grenzen wirken auf die Versetzungen in gleichem Maße wie Korngrenzen. Mittels Gefügeanalysen wird untersucht, welche Legierungselemente sich tatsächlich in die Matrix einbauen, oder aber weitere Phasen wie z.B. Karbide bilden.

In der Literatur sind zahlreiche Diagramme zu finden, die den Einfluss der Legierungselemente auf die mechanischen Eigenschaften abschätzen lassen. Abbildung 9 a) zeigt den Einfluss der Elemente auf die Zugfestigkeit, bzw. in b) auf die 0,2% Dehngrenze bei Raumtemperatur. Insbesondere C und N scheinen einen großen Einfluss auf die Festigkeit zu besitzen.



**Abbildung 9: Abhängigkeit Legierungselemente von a)  $R_m$ , b)  $R_{p0,2}$ ; nach [Llewellyn 98, Ueta 04]**

Außerdem können anhand von Näherungsformeln Kennwerte berechnet und somit Anhaltspunkte zur Wirkung der Elemente ermittelt werden. Nach Ueta *et al.* [04] wird bei austenitischen Stählen die 0,2%-Dehngrenze  $R_{p0,2}$  bei 1050°C in  $\text{N/mm}^2$  in großem Maß negativ durch Silizium und Niob beeinflusst.

$$R_{p0,2} = 46,15 - 9,95 \text{ Si} + 3,36 \text{ W} - 32,76 \text{ Nb} + 6,75 \text{ NbC} + 2,5 \text{ M}_{23}\text{C}_6 \quad (6)$$

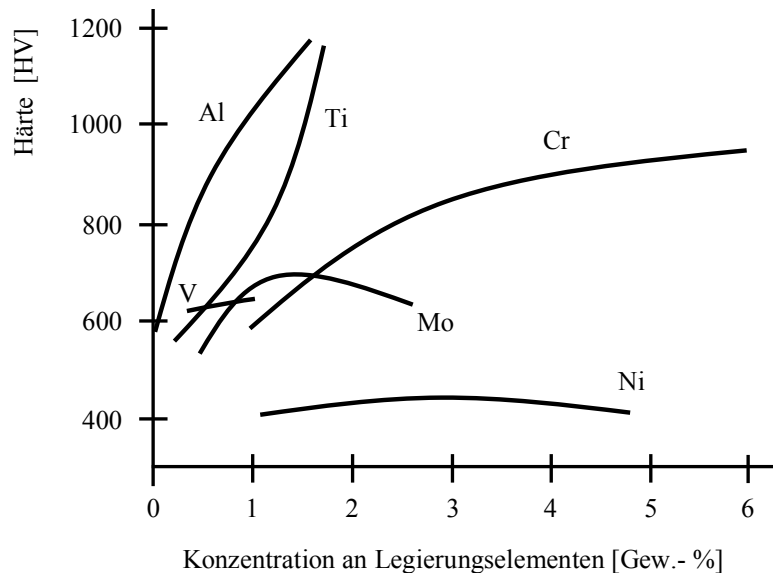
Bei der Zugfestigkeit  $R_m$  bei 1050°C in  $\text{N/mm}^2$  spielt wieder Silizium eine große Rolle. Positiven Einfluss haben besonders die Karbide, wie NbC.

$$R_m = 68,73 - 11,82 \text{ Si} + 9,35 \text{ NbC} + 4,38 \text{ M}_{23}\text{C}_6 \quad (7)$$

Der thermische Ausdehnungskoeffizient  $\alpha$  in  $1/K$  wird durch eine Reihe von Elementen bestimmt. Ein besonders hoher Ausdehnungskoeffizient kann durch überschüssiges Niob verursacht werden, nachdem die Bildung von NbC abgeschlossen ist.

$$\alpha(\cdot 10^{-6}) = 21,281 - 0,046Ni - 0,044Cr - 0,135W + 1,656Nb - 0,192NbC - 0,082M_{23}C_6 \quad (8)$$

Die Gehalte der Legierungselemente verstehen sich in Gew.-%, die der Karbide in Mol.-%. Die Steigerung der Härte durch Zulegieren wird in Abbildung 10 beschrieben. Besonders Aluminium, Titan und Chrom führen zu einer Erhöhung der Härte bei einem Stahl mit 0,25 C, 0,30 Si und 0,70 Mn [Gew.-%]. Bei der Zugabe von Ni ist keine besondere Veränderung der Härte zu beobachten.



**Abbildung 10: Einfluss Legierungselemente auf die Härte von Stahl nach [Ueta 04]**

Tabelle 7 gibt einen Überblick über die möglichen Legierungselemente in der Eisenmatrix. Angegeben werden die günstigen Bereichsgrenzen, sowie die Gefügebeeinflussung hinsichtlich Ferritstabilisierung (*F*), Austenitstabilisierung (*A*), Karbidbildung (*K*) und Nitridbildung (*N*). Ausserdem werden die wichtigsten Eigenschaften dieser Elemente dargestellt [Berns 08, Bürgel 06, Cunat 04, Czichos 07, Dilthey 07, Kallen 01, Kutz 05, Llewellyn 98, Mola 05, Raghavan 97, Roos 08, Shinoda 73, Shvedov 73, Ueta 04, Weißbach 07]. Teilweise sind jedoch auch widersprüchliche Eintragungen zu finden. Dies ist meist darin begründet, dass sich die Eigenschaften in verschiedenen Temperaturbereichen ändern, und dies nicht genau betrachtet wird.

**Tabelle 7: Wirkung Legierungselemente in der Eisenmatrix**

Elemente	Grenzen [Gew.-%]	begünstigt Gefüge	weitere Eigenschaften bei Zugabe oder Konzentrationserhöhung
Aluminium	n.a.	F, N	erhöht Festigkeit durch Mischkristallhärtung, Oxidationsbeständigkeit ( $Al_2O_3$ Deckschichtbildung bei $Al > 4$ Gew.-%); verringert Lunker und Seigerungen; Desoxidations- und Dehydrierungsmittel
Arsen	n.a.		gilt als Stahlschädling; erhöht Seigerungen, Anlasssprödigkeit; erniedrigt Zähigkeit, Schweissbarkeit
Beryllium	n.a.	F	erhöht Festigkeit, Korrosionsbeständigkeit; erniedrigt Zähigkeit; wirkt desoxidierend
Blei	n.a.		erhöht Bearbeitbarkeit
Bor	0,001-0,03		erhöht Duktilität, Zeitstandfestigkeit durch Ausscheidungshärtung, Härtebarkeit, Korngrenzenkohäsion; erniedrigt als korngrenzenwirksames Element die Anrissgefahr, Korngrenzenflächenenthalpie
Calcium	n.a.		erhöht Zunderbeständigkeit

Chrom	15-30	F, K, N	erhöht Korrosionsbeständigkeit und Zunderbeständigkeit durch Bildung Chromoxidschicht, Sulfidationsbeständigkeit, Zähigkeit (HT), Zugfestigkeit (HT), Warmfestigkeit, Härte, Verschleißfestigkeit, N-Löslichkeit; erniedrigt Dehnung, Schweißbarkeit, Wärmeleitfähigkeit, Wärmeausdehnung; unterstützt $\text{Al}_2\text{O}_3$ Deckschichtbildung
Cobalt	bis 10	A	erhöht Festigkeit durch Mischkristallhärtung, Warmfestigkeit, Kriechfestigkeit, Härte, Schneidhaltigkeit, Korrosionsbeständigkeit; erniedrigt Stapelfehlerenergie, Kornwachstum
Kohlenstoff	0,2-0,6	A, K	erhöht Festigkeit, Härte, Rissbildung, Korrosion; erniedrigt Dehnung, Schmiedbarkeit, Schweißbarkeit, Bearbeitbarkeit, Schmelzpunkt, Wärmeleitfähigkeit
Kupfer	0,15-0,25		erhöht Zugfestigkeit, Oberflächenempfindlichkeit; erniedrigt Spaltkorrosionsbeständigkeit
Magnesium	n.a.		wirkt als Entschwefelungsmittel
Mangan	max. 1	A	erhöht Festigkeit, Durchhärbarkeit, Zähigkeit, Löslichkeit des Austenits für N, Fließfähigkeit, Wärmeausdehnungskoeffizienten; erniedrigt Zerspanbarkeit, Kaltformbarkeit, Graphitausscheidungen, Wärmeleitfähigkeit, elektrische Leitfähigkeit; desoxidiert Schmelze und bindet S ( $\text{MnS}$ ), Quelle für Lochkorrosion
Molybän	0,2-1	F, K, N	erhöht Korrosionsbeständigkeit, Zug-, Warmfestigkeit, Schneidhaltigkeit; erniedrigt Anlasssprödigkeit, Schmiedbarkeit; fördert Sigmaphasenbildung (Versprödung)
Niob	0,2-1	K, N	erhöht Festigkeit (Mischkristallhärtung), Aufkohlungsbeständigkeit, Widerstand gegen thermische Ermüdung; verhindert interkristalline Korrosion
Nickel	n.a.	A	erhöht Festigkeit (HT), Zähigkeit, Durchhärbarkeit, Korrosionsbeständigkeit, Aufkohlungsbeständigkeit, Widerstand gegen Spannungsrisskorrosion; erniedrigt Duktilität, Wärmeleitfähigkeit, Wärmeausdehnung
Phosphor	n.a.		erhöht Festigkeit; erniedrigt Zähigkeit, Schweißbarkeit; gilt als Stahlschädling
Schwefel	max. 0,01		verbessert Zerspanbarkeit; erniedrigt Zähigkeit, Schweißbarkeit, Korrosionsbeständigkeit; bildet tiefschmelzende Verbindungen; gilt als Stahlschädling, Bildung von $\text{FeS}$ : Heißrisse
Silizium	max. 3	F	erhöht Oxidationsbeständigkeit, Aufkohlungsbeständigkeit, Zugfestigkeit, Dehngrenze, Verschleißbeständigkeit; erniedrigt Bruchdehnung, Kerbschlagzähigkeit, Tiefziehfähigkeit, Schweißbarkeit, Zerspanbarkeit, Zeitstandeigenschaften; fördert Sigmaphasenbildung (führt zu Versprödung)
Stickstoff	n.a.	A	erhöht Festigkeit (Mischkristall- und Korngrenzenverfestigung), Dehngrenze, Versprödung; erniedrigt Alterungsbeständigkeit, Tiefziehfähigkeit, Lochkorrosion
Tantal	n.a.	K	keine nennenswerten bekannten Eigenschaften
Titan	0,05-1	K, N	erhöht Festigkeit, Hochtemperatur-Kriechfestigkeit; erniedrigt Duktilität, interkristalline Korrosion
Vanadium	n.a.	K, N	erhöht Dauerfestigkeit, Härte, Warmfestigkeit, Verschleißwiderstand; erniedrigt Empfindlichkeit für Überhitzen, Oxidations- und Heißgaskorrosion
Wasserstoff	n.a.		erhöht Alterung durch Versprödung, Zugfestigkeit; erniedrigt Kerbschlagzähigkeit begünstigt Flockenbildung

Wolfram	2-6	F, K, N	erhöht Zugfestigkeit, Warmfestigkeit, Härte, Schneidhaltigkeit, Korrosionsbeständigkeit, Streckgrenze, Zähigkeit, Dichte; erniedrigt Anlassversprödung, Dehnung, Zerspanbarkeit; fördert Mischkristallhärtung; behindert Kornwachstum
Yttrium	n.a.		erhöht Warmformbarkeit, Zunderbeständigkeit, Haftung des Oxidfilms; behindert Kornvergrößerung; bindet S und O
Zinn			Stahlschädling
Zirkon	bis 0,05	K, N	erhöht Warmfestigkeit, Widerstand gegen Ermüdung bewirkt Desoxidation, Entschwefelung

Die Bildung der Ausscheidungen findet in definierten Temperaturbereichen statt, die insbesondere von der jeweiligen Gitterstruktur abhängig sind [Berns 08]. Es stellt jedoch eine Herausforderung dar, diese Vielzahl der Ausscheidungen zu isolieren, gezielt zu betrachten und zu bestimmen. Auch die Legierungselemente beeinflussen die Ausscheidung der verschiedenen Phasen. Entstehungsbereiche werden in Zeit und Temperatur verschoben. Dabei wirken sich die Elemente unterschiedlich auf verschiedene Ausscheidungen aus. Als wichtiges Beispiel ist hier die negative Eigenschaft von Molybdän aufzuführen, die eine frühe Ausscheidung der Sigma-Phase begünstigt. Dies führt zu einer Werkstoff-Versprödung.

Das Diagramm von Schöffler-DeLong bzw. Schöffler-Maurer (Abbildung 11) bietet eine weitere Möglichkeit zur Darstellung der Einflüsse einiger Legierungselemente auf das Gefüge. Obwohl dieses anfänglich zur Vorhersage der Mikrostruktur von Stahlschweißstellen verwendet wurde, gibt es trotzdem eine gute Übersicht über das zu erwartende Gefüge bei nichtrostenden Cr- und Cr-Ni-Stählen. Neben des Gefüges lassen sich mit Abbildung 11 außerdem Aussagen hinsichtlich der Problemfelder chemisch beständiger Stähle, der Neigung zur Bildung von Kaltrissen (bei martensitischen Chromstählen nach dem Warmumformen, Schweißen oder Härten), von Heißrissen (bei austenitischen Erstarung aufgrund der größeren thermischen Schrumpfung), der  $\sigma$ -Phase (rasche Ausscheidung im Ferrit, langsame im Austenit) und der Versprödung ferritischer Stähle (Grobkorn,  $\sigma$ -Phase und  $\alpha$ -Entmischung bei ca. 475°C) treffen. Die Bildung der  $\sigma$ -Phase wird durch Austenitbildner wie Ni, C, N und Mn unterdrückt [Roos 08]. Das Diagramm nach Dilthey [07] ist besonders zutreffend für Cr-Ni Stähle mit etwa 0,2 Gew.-% Kohlenstoff.

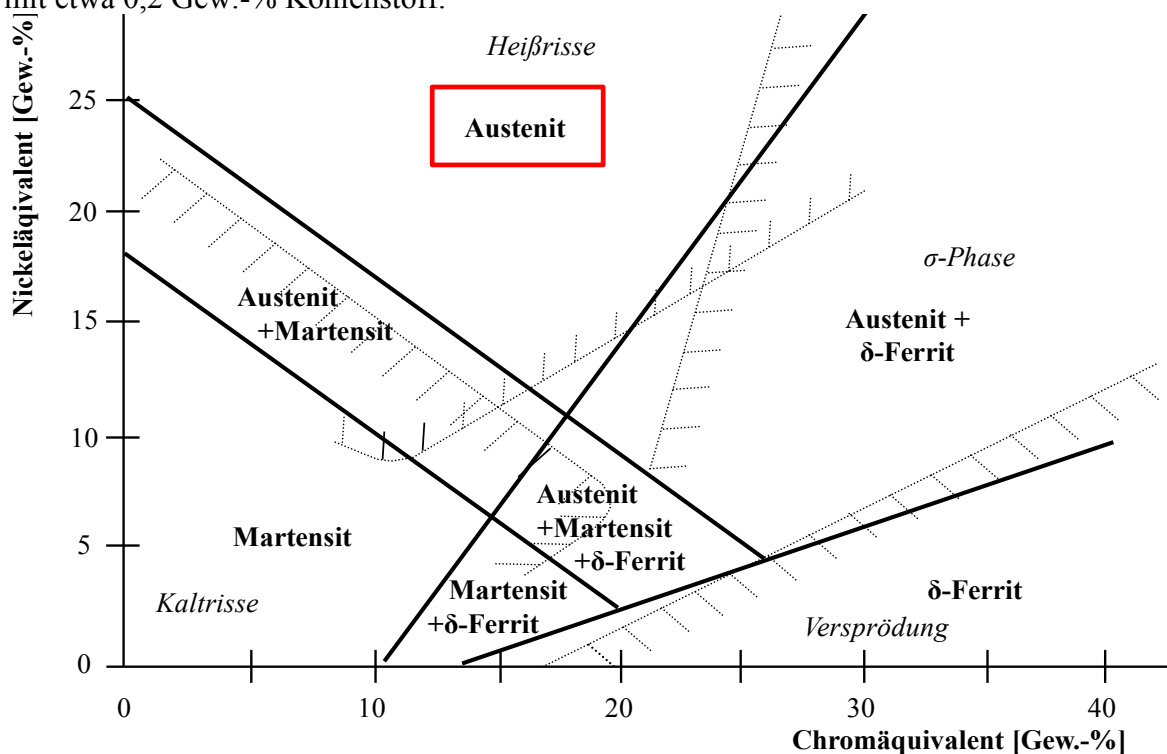


Abbildung 11: Schöffler-Maurer-Diagramm nach [Berns 08, Dilthey 05, Llewellyn 98]

Zusätzlich lässt sich anhand des Kohlenstoffäquivalents CET nach Fahrenwaldt [06] die Neigung von Stählen zur Kaltrissbildung einschätzen:

$$CET = C + \frac{Mn + Mo}{10} + \frac{Cr + Cu}{20} + \frac{Ni}{40} \quad (9)$$

Je geringer dieser Wert, desto weniger anfällig ist der Werkstoff gegenüber Kaltrissen.

Das ferritstabilisierende Chromäquivalent (Cr-eq) wird anhand folgender Definition beschrieben [Berns 08, Llewellyn 98]:

$$Cr - eq = \%Cr + 1,5\%Si + \%Mo + 0,5\%(Ta + Nb) + 2\%Ti + \%(W + V + Al) \quad (10)$$

oder

$$Cr - eq = \%Cr + 2\%Si + 1,5\%Mo + 1,75\%Nb + 1,5\%Ti + 0,75\%W + 5\%V + 5,5\%Al \quad (11)$$

Hierbei ist zu beachten, dass das Chromäquivalent erst ab einer bestimmten Konzentration als direkter Ferritbildner gilt, darunter begünstigt es Martensit.

Das Nickeläquivalent (Ni-eq) wird auf Basis der austenitstabilisierenden Legierungselemente ermittelt durch [Berns 08, Llewellyn 98]:

$$Ni - eq = \%Ni + 30\%C + 0,5\%Mn + 0,5\%Co + 30\%N \quad (12)$$

oder

$$Ni - eq = \%Ni + 30\%C + 1\%Mn + 0,5\%Co + 10\%N \quad (13)$$

Besonders Stickstoff unterliegt je nach Quelle einer großen Schwankung und wird in älteren Literaturangaben oft nicht berücksichtigt. Beispielsweise sind bei ca. 10 Gew.-% Cr Gehalte von ca. 18 Gew.-% Ni nötig, um ein vollaustenitisches Gefüge zu erhalten. Bei der Abkühlung auf tiefe Temperaturen können Stähle mit niedrigen Chrom- und Nickelgehalten teilweise in Martensit umwandeln. Eine Reduzierung des Nickel-Gehaltes führt zu Ausscheidungen von Ferrit. Der im Austenit vorhandene Kohlenstoff kann bei rascher Abkühlung und anschließender Wiedererwärmung (auf ca. 500-800°C) in Form von Chromkarbiden an den Korngrenzen ausscheiden. Dies bewirkt neben einer Versprödung des Gefüges außerdem eine Anfälligkeit für interkristalline Korrosion. Weitere Versprödungen und Anfälligkeiten für Korrosion stellen sich bei der Bildung der  $\sigma$ -Phase (FeCr) aus Ferrit und Austenit ein. Bei anhaltender Belastung und hohen Temperaturen kann sich der Delta-Ferrit sehr schnell zur spröden  $\sigma$ -Phase umwandeln. Auch Molybdän trägt zur Sigma-Phasenbildung bei. Zwischen 475°C und 850°C können rostfreie Stähle folgende Umwandlungskette nach Bargel [08] und Becker [89] aufweisen:

$\gamma$  (Austenit)  $\rightarrow \alpha$  (Ferrit)  $\rightarrow \chi$  (Chi: Fe<sub>36</sub>Cr<sub>12</sub>Mo<sub>10</sub>)  $\rightarrow \sigma$  (Sigma: FeCr)

Anhand von binären Phasendiagrammen ist die Wirkung der Hauptbestandteile Nickel und Chrom auf die Gefügeausbildung in der Eisenbasis genau beschrieben. Nickel als wichtiger Austenitstabilisierer bedingt eine Erweiterung des Austenitgebietes von ca. 900°C (ohne Nickel) bis auf ca. 400°C (mit ca. 45 Gew.-% Ni) in Abbildung 12. Um das Gefüge abschätzen zu können, sind die wichtigsten Erkenntnisse aus den folgenden Diagrammen die Entstehungstemperaturen von Ferrit und Austenit. Aus dem Fe-Cr-Diagramm lässt sich außerdem die Gefahr der Sigma-Phasenbildung ab ca. 19 Gew.-% Cr abschätzen. Diese spröde, intermetallische Phase hoher Härte entsteht beim Zusammentreffen von kubischraum- und kubischflächenzentriertem Metall, deren Atomradienunterschiede mit ca. 8% sehr gering ausfallen. Sie bildet sich bevorzugt aus Delta-Ferrit bei Temperaturen zwischen 600 und 900 °C mit einer möglichen Zusammensetzung von 52% Fe und 48% Cr. Die Korrosionsbeständigkeit sinkt, da sie der Matrix Chrom entzieht. Somit wird die Bildung einer schützenden Chromoxidschicht erschwert.

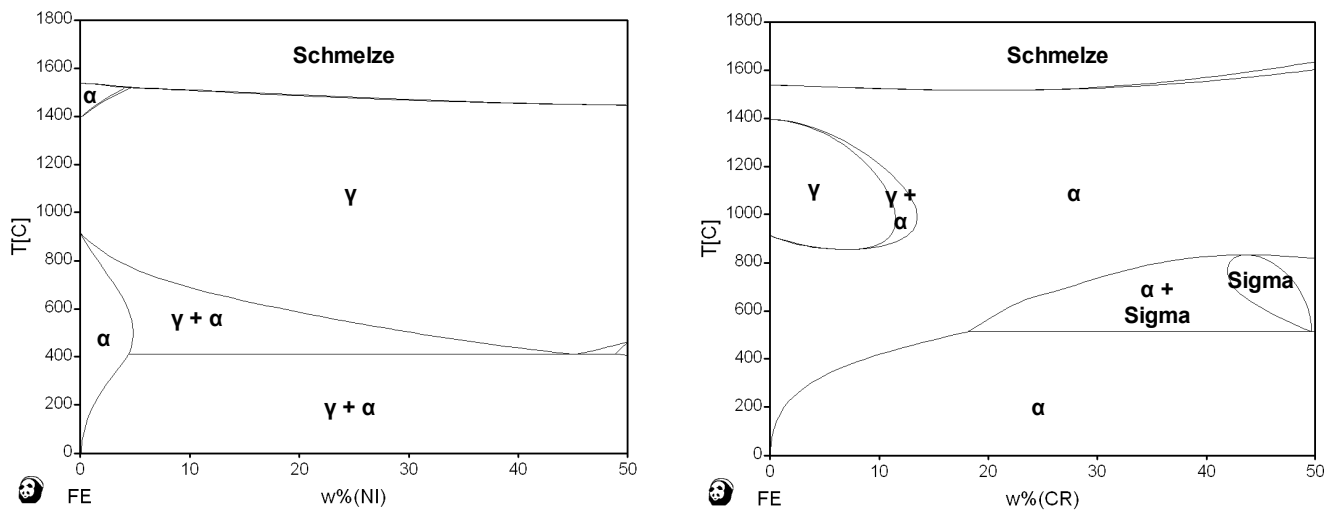


Abbildung 12: Fe-Ni, Fe-Cr, binäre Phasendiagramme; erstellt mit Pandat®

Weitere wichtige Austenitstabilisierer sind Stickstoff und Mangan (Abbildung 13). Nach Raghavan [97] führt Stickstoff in FeCrNi-Stählen insbesondere zur Bildung von  $\text{Cr}_2\text{N}$ .

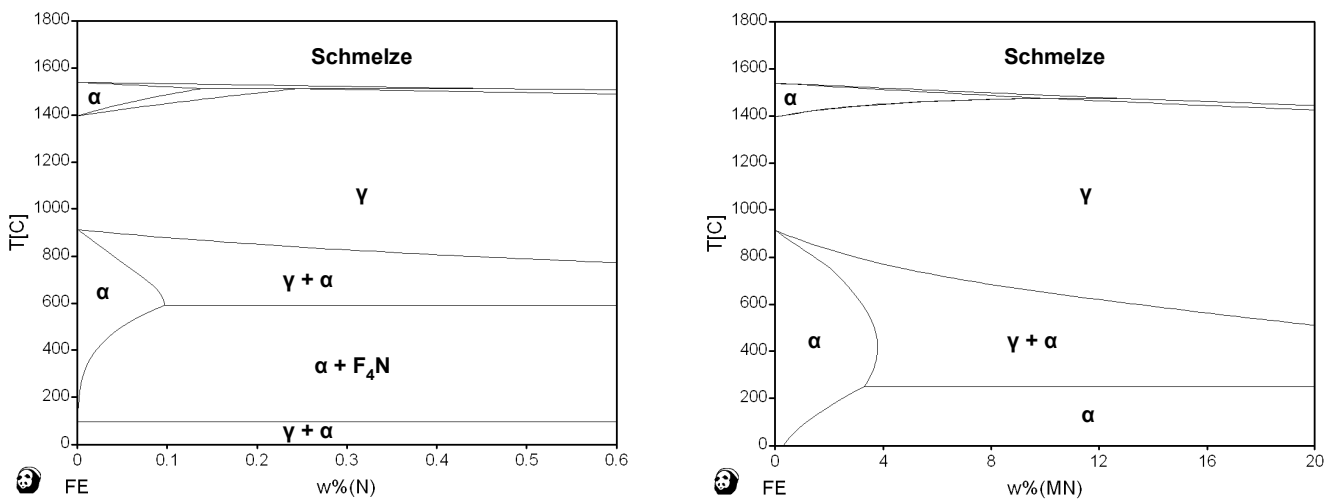
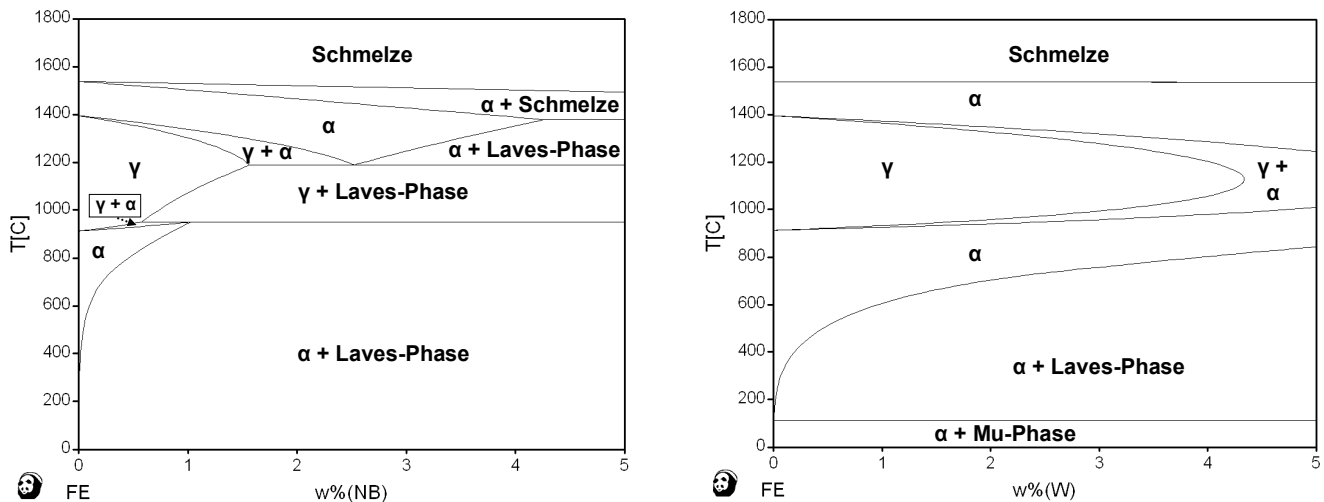


Abbildung 13: Fe-N, Fe-Mn, binäre Phasendiagramme; erstellt mit Pandat®

In Abbildung 14 ist der Einfluss von Niob, Wolfram, Silizium und Vanadium in Bezug auf Ausscheidungen und Alpha-, bzw. Gamma-Stabilisierung zu sehen. Zusätzlich können sich bei Niob und Wolfram Laves-Phasen bilden.



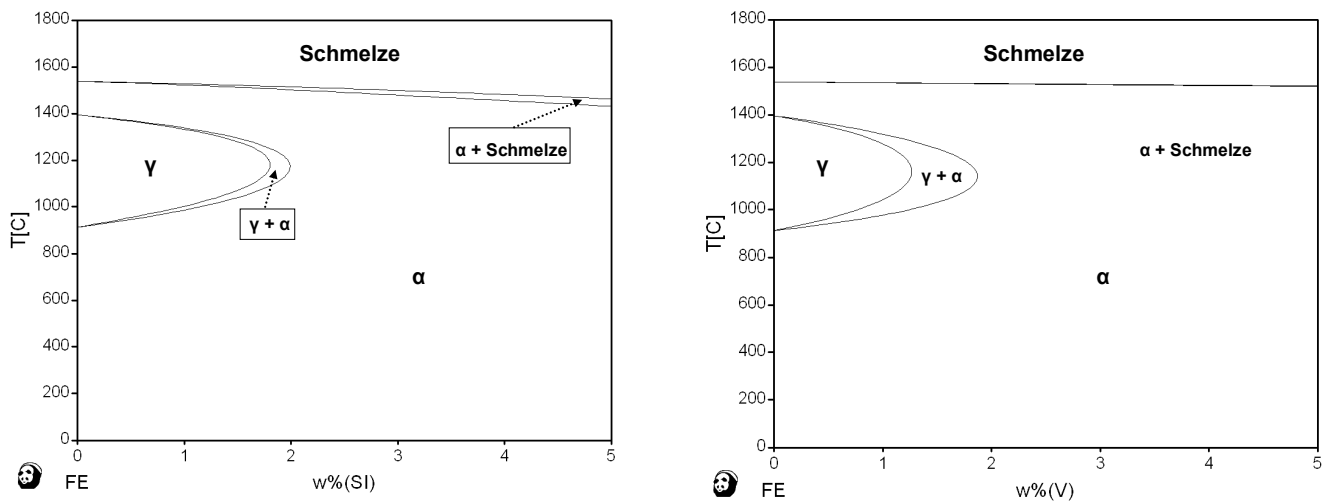


Abbildung 14: Fe-Nb, Fe-W, Fe-Si, Fe-V binäre Phasendiagramme; erstellt mit Pandat®

Im Folgenden werden weitere wichtige Einflüsse der Elemente auf die Festigkeits- und Oxidationseigenschaften beschrieben, die für diese Arbeit wichtig erscheinen. Vor allem Kohlenstoff und Wolfram erhöhen die Warmfestigkeit. Nach Cunat [04] werden Karbide in der Zusammensetzung  $W_2C$  und  $Fe_4W_2C$  gebildet. Niob steigert die Festigkeit bis zu einem Gehalt von 1,5 Gew.-% und senkt sie bei höheren Gehalten. Wie bereits aus Abbildung 9 ersichtlich war, verändert Nickel die Festigkeit eher wenig. Abbildung 15 zeigt den Einfluss auf das Spannungs- und Korrosionsverhalten. Hier ist mit steigenden Gehalten ein deutlich positiver Trend hinsichtlich Rissentstehung bei Raumtemperatur und auf das Oxidationsverhalten zu erkennen.

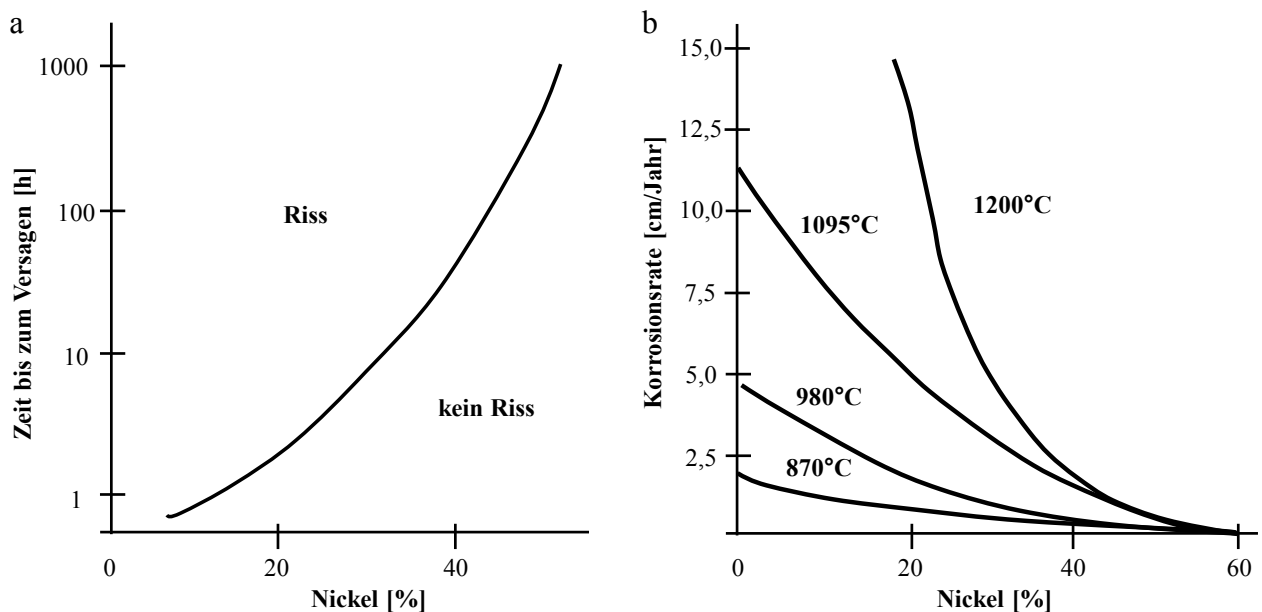


Abbildung 15: Einfluss des Nickels auf a) das Spannungs-Korrosions-Verhalten von austenitischen Stählen nach [Llewellyn 98], b) Korrosionsrate nach [Kutz 05]

Um eine ausreichende Fließfähigkeit zu erhalten, wirkt nach Ueta *et al.* [04] ein Siliziumgehalt von ca. 1 Gew.-% positiv. Silizium, Aluminium und Chrom haben einen starken Einfluss auf die Korrosionsrate (Abbildung 16). Diese Elemente vermindern mit steigendem Gehalt deutlich diese Art der Schädigung.

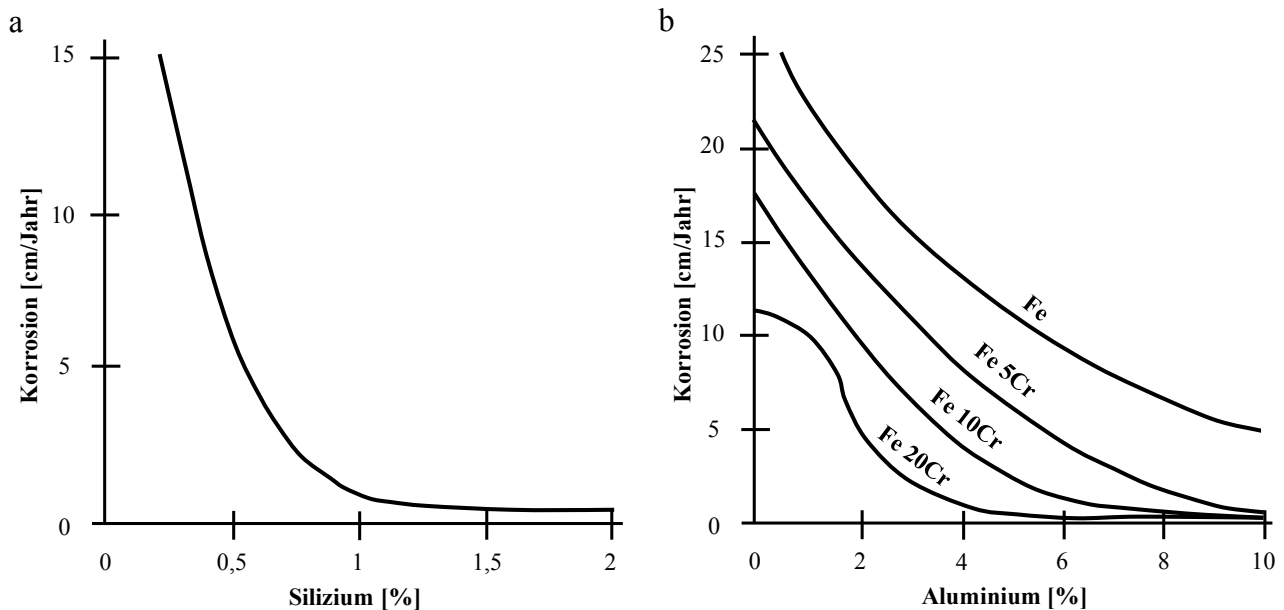


Abbildung 16: a) Einfluss Si bei 5Cr/0,5Mo-Stahl an Luft bei 815°C, b) Einfluss Al und Cr in Luft bei 1095°C; nach [Kutz 05]

Bei einem Siliziumgehalt von höher als 2 Gew.-% steigt jedoch die Versprödung. Aluminium verschlechtert die mechanischen Eigenschaften wie Festigkeit drastisch und kann zur Bildung von Schuppen auf der Oberfläche führen [Kutz 05].

Da insbesondere Chrom zu den wichtigsten Legierungselementen der hier betrachteten Stähle zählt, wird in Abbildung 17 a) eine Einteilung in vier Gruppen betrachtet. Chrom bildet als Korrosionsschutz eine Schutzschicht von ca. 20-30 Å [Llewellyn 98]. Erst ab 20 Gew.-% Cr kann die äußere Chromschicht auch hohen Temperaturen über längere Zeit widerstehen. In b) ist die zyklische Beanspruchung verschiedener Chromstähle dargestellt. Sowohl steigende Chrom- als auch Nickelgehalte senken die Gewichtsänderungen in Folge von Abplatzungen der äußeren Schichten bei zyklischer Belastung. Das bedeutet, dass ein erhöhter Chromgehalt den Verlust der Beständigkeit durch einen sinkenden Nickelgehalt unter Umständen ausgleichen kann. Dies gilt auch umgekehrt.

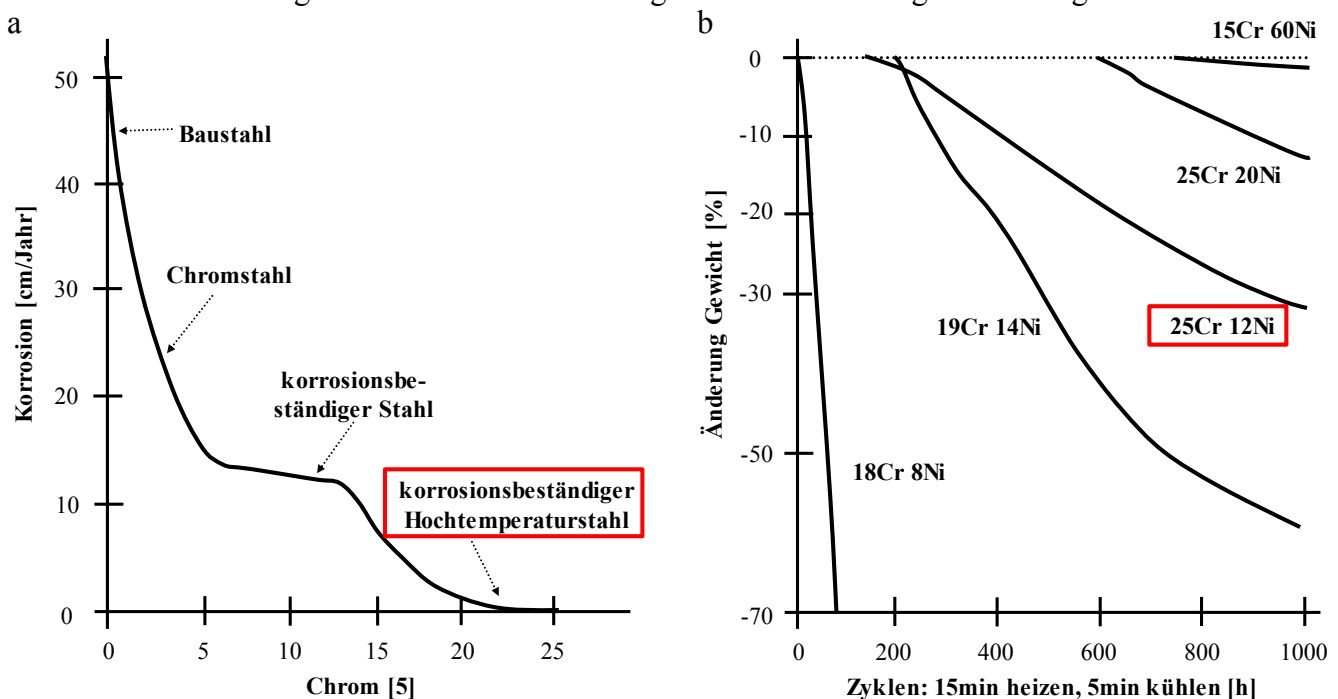


Abbildung 17: a) Einfluss Chrom auf Korrosionsrate an Luft bei 1000°C, b) zyklische Oxidation an Luft bei 980°C; nach [Kutz 05]



Um das Verhalten einer Legierung bestimmen zu können, müssen die Legierungselemente Fe, Cr und Ni in Kombination betrachtet werden. Allgemein bedeutet mittlere Korrosion bei 1200°C im folgenden isothermen, tertiären FeCrNi-Diagramm (Abbildung 18) ein Schichtwachstum von mindestens ca. 0,4 cm/Jahr, schwere Korrosion ca. 2,5 cm/Jahr und sehr schwere Korrosion ca. 13 cm/Jahr. Sowohl Chrom als auch Nickel trägt zu einer Steigerung der Oxidationsbeständigkeit bei, wobei Chrom bereits bei ca. 20 Gew.-% schwere Korrosion verhindern kann.

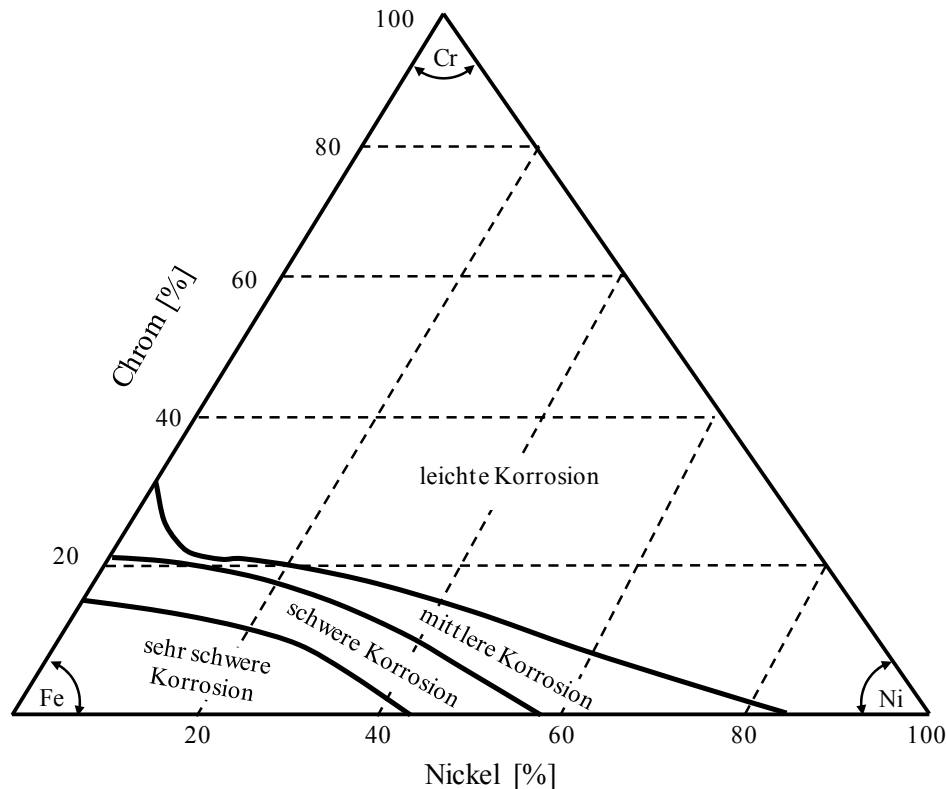


Abbildung 18: Korrosion an Luft bei 1200°C nach [Kutz 05]

Legierungselemente, die in den meisten Fällen einen negativen Einfluss auf den Werkstoff haben, werden als Stahlschädlinge bezeichnet. Nach Bürgel [06] können schädliche Spurenelemente hauptsächlich auf zwei Arten in die Schmelze gelangen: als Legierungszusätze und durch Aufnahme beim Schmelzen. Gase, wie O, N, H, Ar und He können bereits in Legierungszusätzen wie Ti und Nb enthalten sein, oder während des Schmelzens aus der Atmosphäre, dem Tiegel oder der Form aufgenommen werden. Oxidische Ausscheidungen und freie Restgehalte an Gasen können zu verstärkter Mikroporosität führen. Nach Weißbach [07] bringt Wasserstoff eine große Gefahr zur Porenbildung und zu inneren Spaltbrüchen mit sich. Als Begleitelemente sind Ag, As, Bi, Ga, Mg, Pb, Sb, Se, Sn und Te in den Erzen enthalten. Diese können sich verstärkt an den Korngrenzen anlagern und führen zu verringerter Duktilität und Zeitstandfestigkeit. Auch die lokale Schmelztemperatur kann herabgesenkt werden. Insbesondere S und P sind immer in geringen Mengen in den Einsatzstoffen zu finden. Diese können sich an den Korngrenzen anreichern und niedrig schmelzende Filme bilden. NiS schmilzt bereits bei 637°C, NiP bei 870°C. Große Sulfide schmelzen bei hohen Temperaturen auf und bilden bei Abkühlung feine (Mn, Cr) S Partikel, die sich an den Austenitkorngrenzen anlagern, Poren anziehen und Mikrolunker verursachen. Dies verschlechtert vor allem die Kriecheigenschaften. In Tabelle 8 werden allgemein Werte für den maximalen Gehalt schädlicher Elemente angegeben, wobei diese teilweise nur mit hohem Aufwand bestimmt werden können.

Tabelle 8: maximale Gehalte schädlicher Legierungselemente [Bürgel 06]

Bi, Te	Pb, Sb, Se	Ag, As	Ga, N, O, S	P
<=0,5ppm	<=1ppm	<=5ppm	<=25ppm	<=50ppm

Es gibt auch Elemente, die sich mit sehr geringen Gehalten positiv auswirken können, wie z.B. Cer. Dieses tendiert dazu den Schwefel im Korn binden [Cunat 04]. Die Deckschichthaftung kann durch Zugabe von einigen Zehntel Masse-% dieser sogenannten Aktivelemente oder seltenen Erden (z.B. Sc, Y, Ce und Yb) verbessert werden.

Die jeweilige Legierung und deren Elemente beeinflussen neben dem resultierenden Gefüge außerdem maßgeblich die notwendige Gießtechnik und das Erstarrungsverhalten, mit denen sich das folgende Kapitel beschäftigt.

### 3.1.3 Gießtechnik, Erstarrung und Gefüge

Das Gießen ist eines der ältesten formgebenden Verfahren. Am Markt ist eine Vielzahl von verschiedenen Methoden und Maschinen-Ausführungen für die unterschiedlichsten gießbaren Materialien vorhanden. Feinguss, Kokillenguss und Sandguss sind für Eisenbasislegierungen weit verbreitete Verfahren. In diesem Kapitel wird das Gießen in Sand sowohl mittels Schwerkraft als auch im Niederdruckgussverfahren näher erläutert.

Im konventionellen Schwerkraftguss ist die Gewichtskraft die bestimmende Größe für die Formfüllung. Hier wird die Schmelze über Tiegel direkt in die Form gegossen. Deshalb kann die Genauigkeit der zeitlichen und örtlichen Formfüllung kaum beeinflusst werden. Lediglich die Druckhöhe im Einguss bestimmt die Geschwindigkeit des Füllens. Durch das Volumen des Gießlauf- und Anschnittsystems entsteht ein nicht unerheblicher Anteil an Kreislaufmaterial. Bei einer steigenden Formfüllung im Schwerkraftguss kann die Schmelze weniger turbulent in die Formen gebracht werden, jedoch wird damit auch die Menge an Kreislaufmaterial deutlich erhöht. Andererseits kann bei einer Befüllung von oben das Voranschreiten der Schmelzefront nicht kontrolliert werden, was sich in Spritzern, Oxideinschlüssen und Formauswaschungen äußert. Nachteile dieses Gießverfahrens sind die unbestimmbaren Temperaturschwankungen in der Gießpfanne, die nicht regelbare Gießgeschwindigkeit und die Anfälligkeit zur Bildung von Oxiden und Mikroporositäten durch den Kontakt des Gießstrahls mit der Umgebungsatmosphäre. Dem gegenüber stehen geringe Investitionskosten und die bereits gesammelte Erfahrung mit diesem Verfahren [Lippeck 01]. Sowohl einfache handgeformte Sandformen aus Sand, Harz und Binder als auch maschinell gefertigte Formkästen kommen zum Einsatz. In diesem sogenannten Kernpaketgießverfahren werden die Innenkonturen des Gussteils durch Kerne, die Außenkontur durch Formober- und Unterteil abgebildet (Abbildung 19 a). Somit sind auch komplizierte Hinterschnitte möglich, die bei anderen Verfahren, wie im Kokillenguss nicht oder nur mit großem Aufwand möglich sind.

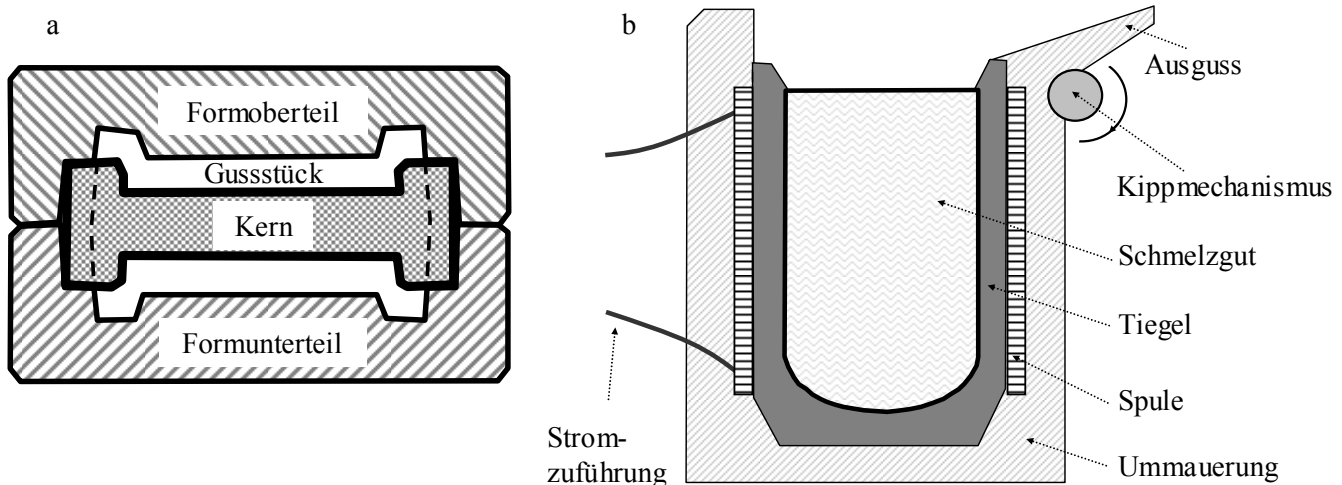


Abbildung 19: Skizze a) Kernpaket nach [Hornbogen 06, Rösch 82], b) Induktionsofen nach [Spur 80, Witt 06]

Die in dieser Arbeit für die Herstellung von Turboladegeräten verwendeten Kernpakete (verlorene Formen aus Silizium-Oxid-Sanden), werden im PUR-Cold-Box-Verfahren in mit dem Gießprozess verketteten Kernschießmaschinen hergestellt. Das Kernsand-Phenolharz-Bindergemisch wird mittels

Druckluft in die jeweiligen Metallwerkzeuge gefüllt und verdichtet. Die Verfestigung des Quarzsandes mit Phenolharz und einem Polyisocyanat erfolgt durch Polyaddition infolge der Zugabe eines gasförmigen Katalysators (z.B. Diemethylamin). Somit bildet sich Polyurethanharz (PUR). Für eine hohe Oberflächengüte und zum Aufbau einer Gassperre werden die Kerne und Formen in Schlichte getaucht bzw. mit Schlichte besprüht. Häufig in Gebrauch befindliche Lösungen sind Alkoholschichten auf Zirkonsilikatbasis. Aufgrund erhöhter Umweltauflagen wird derzeit auf Wasserbasis-Schichten umgestellt [Flemming 93]. Beim Kaltharzverfahren werden Quarzsand und organische Bindersysteme (Furanharz oder Phenolharz und Härter) vermischt. Diese Formen werden vor Allem zur Herstellung von Probegeometrien verwendet. Das Gemenge härtet bei Raumtemperatur infolge Polyaddition selbstständig aus. Auch hier wird die Schlichte auf die Formen aufgebracht und dient der Verbesserung der Oberflächenbeschaffenheit. Außerdem gewährleistet diese Schicht eine einfachere und saubere Trennung von Gussteil und Gussform. Campbell [03] gibt einen detaillierten Überblick zu diesen Aspekten. Das Schmelzen der Einsatzstoffe erfolgt in einem so genannten Induktionstiegelofen (Abbildung 19 b). Entsprechend dem zu ersmelzenden Material werden unterschiedliche Futtermaterialien eingesetzt; hier vor allem Keramiktiegel, um zu verhindern, dass zusätzlicher Kohlenstoff wie bei einem Graphittiegel in die Schmelze eindiffundiert. Bei Stahlguss wird eine basische Auskleidung bzw. Zustellung verwendet, um eine Beschädigung des Tiegels durch basische Schlacken zu vermeiden. Zur Verwendung kommt insbesondere aus Magnesit und / oder Magnesiumchlorid hergestelltes Magnesiumoxid, welches beim Sintern Spinelle an der Tiegelwand bildet. Das lose Korngemenge aus Magnesiumoxid wird durch Bindemittel wie z.B. Tone verfestigt [Routschka 11]. Die wassergekühlte Spule dient zur Erzeugung des elektromagnetischen Feldes, durch das die Energie auf den metallischen Inhalt übertragen wird. Der Wechselstrom unterschiedlicher Frequenz induziert elektrische Energie und somit Wärme. Die Kraft des magnetischen Feldes bewirkt außerdem eine Durchmischung der Schmelze [Witt 06]. Die Badbewegung begünstigt einen schnellen Stoff- und Temperatúrausgleich. Die Bewegung entsteht durch die Kraftkomponente bei gekrümmten Magnetfeldlinien, wobei im Normalfall vier Wirbel entstehen [Spur 80]. Verwendete Gießtemperaturen betragen zwischen 1500-1600°C. Während des Umfüllens und Vergießens kann ein sehr dünner Oxidfilm, auch „Bifilm“ genannt, auf der Schmelze gebildet und beim Abguss durch Turbulenzen in das Bauteil gespült werden. Diese Trennschicht eröffnet Diffusionspfade für Sauerstoff, was zu innerer Oxidation und vereinfachter Rissbildung führen kann [Campbell 03].

Ein weiterentwickeltes Verfahren ist der Niederdruckguss. Dieser ermöglicht es dünnwandige Bauteile in hoher Gussqualität herzustellen. Während Schwerkraftguss in der Regel bis zu einer minimalen Wandstärke von ca. 8 mm verwendet wird, kann diese im ND-Guss bis auf ca. 2 mm absinken. Im Aluminiumguss ist dieses Verfahren Stand der Technik. Für Stahlguss entstehen gerade die ersten kommerziellen Anlagen. Im Gegensatz zum Schwerkraftguss wird hier die Form entgegen der Schwerkraft gefüllt. Die Schmelze wird in einem abgeschlossenen Gießsystem durch Druckbeaufschlagung von ca. 0,2 bis zu max. 1 bar [Lippe 01] kontrolliert und turbulenzarm durch ein Steigrohr in die darüberliegende Form gedrückt (Abbildung 20). Auch hier betragen die Gießtemperaturen 1500 bis 1600°C. Für Stahl mit ca. 0,18 < C < 0,5 Gew.-% berechnen sich die Liquidus- ( $T_L$ ) und die Solidustemperatur ( $T_S$ ) in [°C] nach folgenden Formeln [Spur 85]:

$$T_L = 1538 - [55\%C + 80\%C^2 + 13\%Si + 4,8\%Mn + 1,5\%Cr + 4,3\%Ni + 30\%(P + S)] \quad (14)$$

$$T_S = 1533 - [166\%C + 31\%Si + 30\%Mn + 4\%Cr + 9\%Ni + 690\%S + 245\%P + 3\%Mo + 4\%V + 10\%Cu] . \quad (15)$$

Dies führt bei GX40NiCrNb28-19 zu einer errechneten theoretischen Liquidustemperatur im Bereich von ca. 1350°C und einer Solidustemperatur von ca. 1000°C.

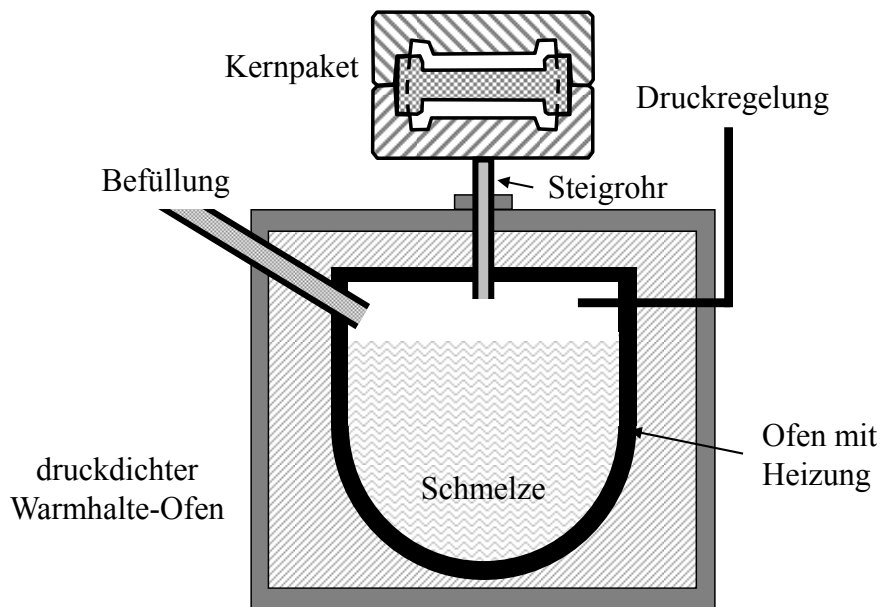


Abbildung 20: Skizze Niederdruckguss nach [Lippe 01]

Der Vorteil der Niederdruckguss-Technologie ist die Bestimmbarkeit und Steuerbarkeit der Formfüllbedingungen. Ein hohes Überhitzen der Schmelze ist unnötig, da die Verwendung einer Pfanne für den eigentlichen Gießprozess entfällt. Auch der Kontakt der Schmelze aus dem Vergießofen mit der Atmosphäre wird verhindert und somit die Aufnahme von Wasserstoff und anderen Verunreinigungen unterbunden. Eine turbulenzarme Formfüllung erhöht die Bauteilqualität und Reproduzierbarkeit. Jedoch ist der Investitionsaufwand für diese Anlagenart höher als beim Schwerkraftguss [Lippe 01]. Der Druck wird bis zum Erstarren des Gussteils aufrechterhalten, was eine effektive Nachspeisung zum Ausgleich des Volumendefizits bewirkt. Eine nicht ausreichend nachgespeiste Flüssig- und Erstarrungskontraktion (ca. 2-4 Vol.-%) des Bauteils (Abbildung 21 a) bewirkt die Bildung von Lunkern und Mikroporositäten. Bei Stahl ist das besonders ausgeprägt zu beobachten, da hier im Gegensatz zu Grauguss keine Graphitausscheidungen der Volumenminderung entgegenwirken. Ist die Speisung ungenügend, treten verschiedene Arten von Fehlstellen auf (b).

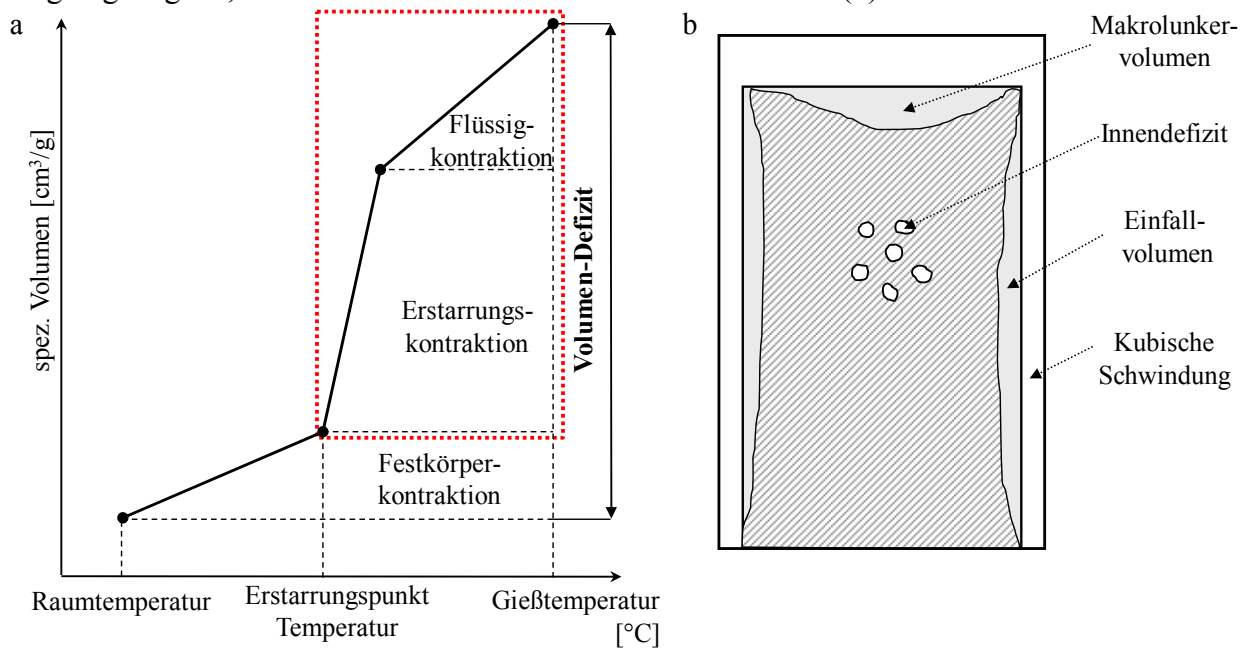
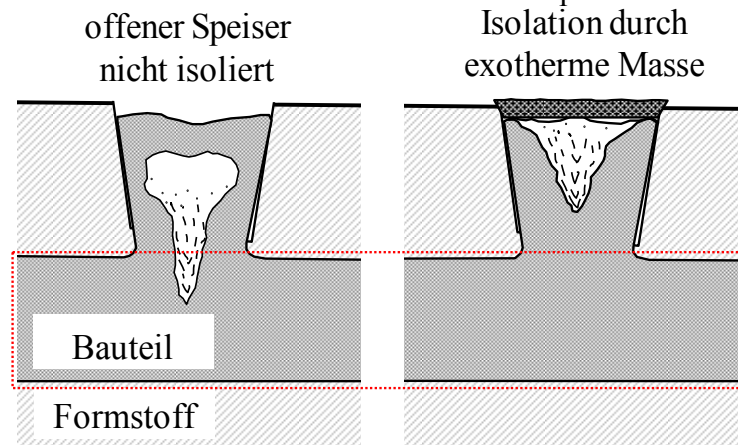


Abbildung 21: Volumendefizit a) physikalisch, b) technisch nach [Hasse 99, Rösch 82, Spur 80]

Die Festkörperkontraktion ist durch Speisung nicht beeinflussbar. Diese muss bereits im Bauteildesign durch ein bestimmtes Aufmaß berücksichtigt werden.

Abbildung 22 zeigt, wie durch Speiser die Lunkerbildung beeinflusst werden kann. Durch eine thermische Isolierung des Speisers kann dieser länger flüssig bleiben als das Bauteil selbst. Somit wird die sich bildende Fehlstelle aus dem Bereich des Bauteils in den Speiser verschoben.



**Abbildung 22: Speiser mit und ohne Isolierung nach [Rösch 82]**

Der Speiser gilt als das Reservevolumen an Schmelze. Er dient dazu, das thermische Zentrum und damit Makrolunker außerhalb des Gussteils zu legen [Herfurth 03]. Für die Mikroporositäten spielt auch die Erstarrung selbst, die Kristallisation, eine wichtige Rolle. Weiterhin ist zu beachten, dass bei dünnwandigen Bauteilen die Gefahr besteht, durch schnelles Dendritenwachstum das Fließen der Restschmelze zu verhindern. Dies führt zusätzlich zur Bildung von Porositäten. Durch ein gutes Gießsystem lassen sich diese Fehler aus dem Bauteil heraus in den Bereich der Anschnitte und Speiser verschieben, indem eine gerichtete Erstarrung in diese Richtung erzeugt wird.

Auch die Gießgeschwindigkeit beeinflusst die Gussteilqualität. Eine zu niedrige Geschwindigkeit kann dazu führen, dass die Schmelze erstarrt, bevor der Formhohlraum vollkommen gefüllt ist. Die Folge einer zu großen Geschwindigkeit ist eine turbulente Strömung. Hier können Gasblasen und Formstoffbestandteile mitgerissen und im Bauteil verteilt werden. Positive Gießeigenschaften bedeuten ein gutes Fließ- und Formfüllungsvermögen, gute Speisungseigenschaften, geringe Warmrissneigung, günstiges Lunkerverhalten, wenig Gasaufnahme und Oxidation beim Schmelzen und Gießen. Außerdem sollten keine schädlichen Reaktionen mit dem Formstoff auftreten [Spur 80].

Die Art der Erstarrung und die Ausbildung der Erstarrungsfront werden von den thermischen Bedingungen bestimmt. Dabei ist die konstitutionelle Unterkühlung ein wichtiger Faktor. Durch die verschiedenen Atomsorten einer Legierung treten beim Abkühlen einer Schmelze an der Erstarrungsfront Entmischungerscheinungen auf [Campbell 03]. Dies wird als konstitutionelle, auch konzentrationsabhängige Unterkühlung bezeichnet. Je nach Größe des unterkühlten Bereiches entstehen unterschiedliche Gefügeausprägungen. Die Erstarrung beginnt an den Rauheiten der Formwand (Abbildung 23). Kann die Erstarrungswärme von der Gefäßwand genügend schnell abgeführt werden, wird die Kristallisationsgeschwindigkeit soweit verlangsamt, bis eine einheitliche Wachstumsfront entsteht. Bei einer gleichmäßigen Abkühlung entstehen globulitische Körner, bei einer ungleichmäßigen Abkühlung längliche Kristalle, sogenannte Dendriten. Verschiedene Körner bestehen aus der gleichen Zusammensetzung mit einer unterschiedlichen Gitterorientierung. Ein Korn kann aus mehreren Dendriten gleicher Gitterorientierung mit interdendritischen Bestandteilen aufgebaut sein. Im Gegensatz dazu besitzen verschiedene Phasen eine unterschiedliche Zusammensetzung. Bei den hier betrachteten hochlegierten Werkstoffen treten in der Regel mehrere Phasen auf. Eine unebene Kristallisationsfront liegt vor, wenn die Erstarrungswärme langsam von der unterkühlten Schmelze abgeführt wird. Dendritisches Wachstum wird außerdem von einer steigenden Menge an Legierungselementen begünstigt. Bei einem hohen Gehalt bilden diese genügend stabile Keime in der Schmelze, um von säulenförmigen Dendriten zu einem axialen Dendritenwachstum zu gelangen. Diese Form der Dendriten ist charakteristisch für Stahllegierungen im Gusszustand, was auch in Schliffbildern der folgenden Kapitel beobachtbar ist.

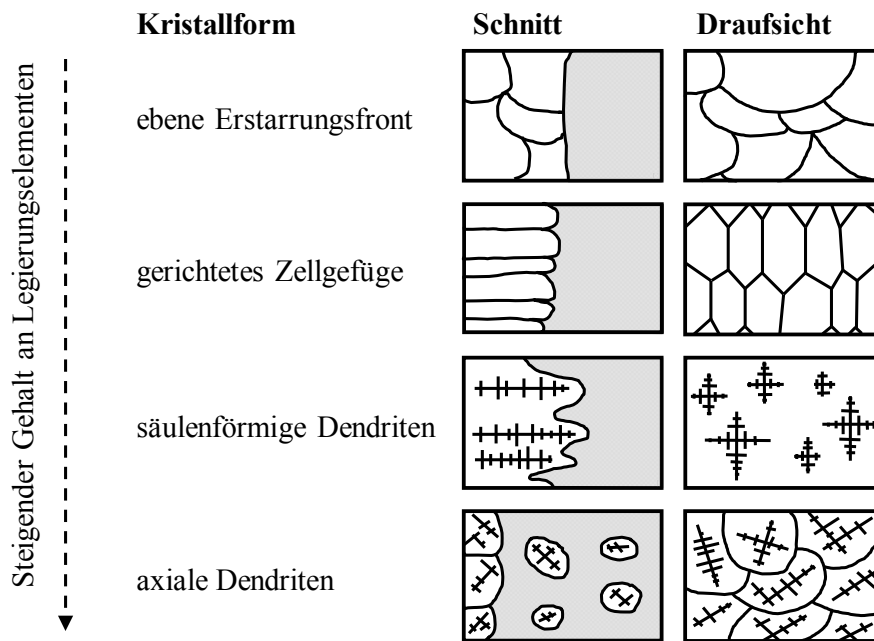


Abbildung 23: Kristallformen nach [Bargel 05, Schulze 10]

Das Primärgefüge einer hochlegierten Stahlgusslegierung erstarrt dendritisch mit zwischendendritischen Verunreinigungen, die bereits in der Schmelze vorhanden waren und Ausscheidungen, wie z.B. Karbiden, die je nach Schmelzpunkt bei unterschiedlichen Temperaturen entstehen. Abbildung 24 veranschaulicht den Aufbau der Dendriten.

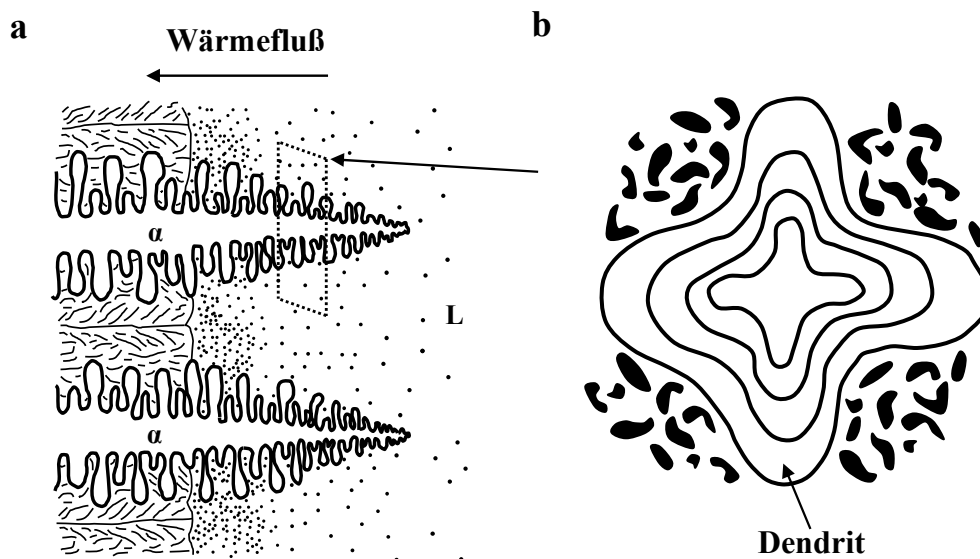


Abbildung 24: a) Erstarrungsfront, b) Schnitt durch den Dendriten nach [Porter 09]

In der Schmelze nicht lösliche sowie hoch schmelzende Bestandteile werden vor den Kristallisationsfronten hergeschoben und bilden nach dem Erstarren die Korngrenzsubstanz [Bargel 05, Schulze 10]. Die verschiedenen Körner setzen sich aus mehreren gleichgerichteten und parallel verlaufenden Dendriten zusammen (Abbildung 25 a). Aber auch wieder aufschmelzende Dendritenarme können vor die Erstarrungsfront geschoben werden und führen zu weiterer Keimbildung [Campbell 03]. Mit zunehmender Unterkühlung der Schmelze nimmt die Dendritenverzweigung und -länge ab (b). Eine geringere Erstarrungsgeschwindigkeit bildet ein grobes Primärkorn.



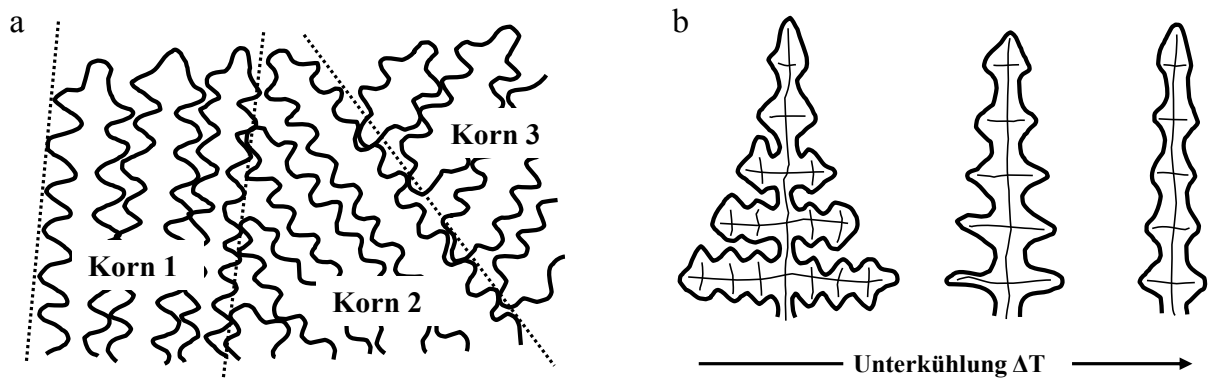


Abbildung 25: a) Kristallite mit dendritischer Substruktur nach [Dantzig 08], b) Änderung der Dendritenmorphologie mit zunehmender Unterkühlung nach [Merkel 08]

Im Vergleich dazu zeigt Abbildung 26 eine makroskopische Aufnahme eines Lunkers in einem Speiser beim Stahl GX40NiCrSiNb38-19.

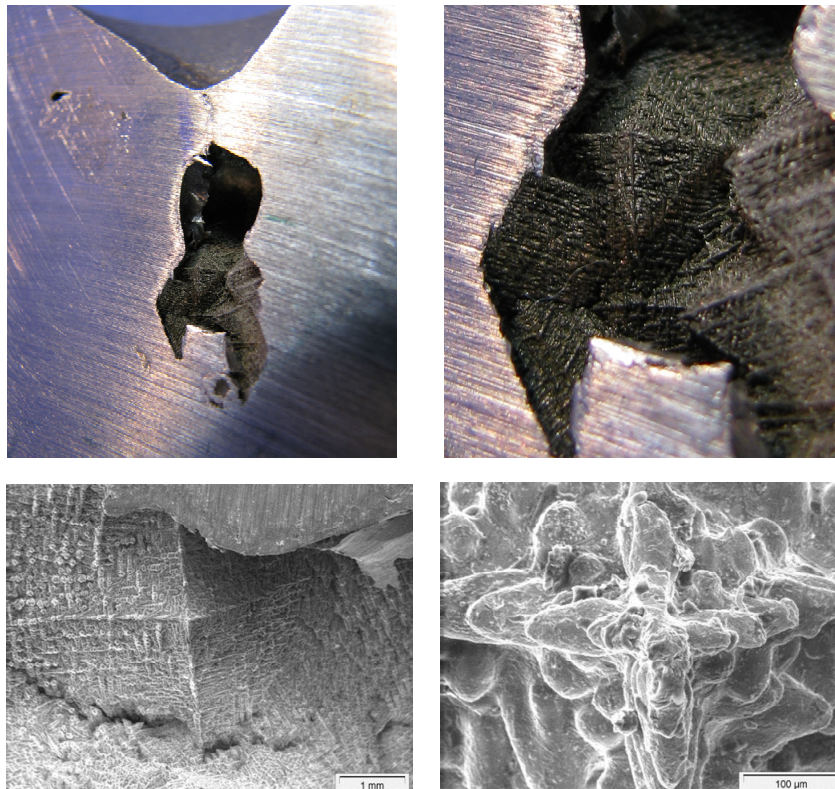


Abbildung 26 : dendritische Erstarrung im Lunker

Weitere Gussfehler sind Gasporen, Oxideinschlüsse, Vererzungen und Penetrationen des Formstoffes. Gasporen werden vor allem durch zu hohe Gehalte an Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff gebildet. Wenn im Zuge der Erstarrung die Löslichkeit für Gase abnimmt, agglomerieren diese im interdendritischen Bereich. Lunker entstehen durch ungenügend nachgespeiste Stellen im Bauteil. Oxideinschlüsse sind nichtmetallische Einschlüsse, die das Gefüge lokal unterbrechen und somit die Festigkeitseigenschaften negativ beeinflussen. Legierungselemente mit einer hohen Sauerstoffaffinität wie z.B. Al, Si, Mg und Cr neigen besonders zur Oxidbildung. Eine beruhigte Formfüllung beim Gießen reduziert die Oxidbildung. Vererzungen und Penetrationen sind Sandanhaftungen am Gussteil. Eine Vererzung ist eine chemische Reaktion der Schmelze mit dem Formwerkstoff. Zu hohe Temperatur bedingt eine lokale Formstoffüberhitzung und resultiert in der Bildung einer Verbindung aus Metall und Formstoff. Bei der Penetration dringt während der Formfüllung aufgrund des Druckes die Schmelze in die Formstoffoberfläche ein [Has 99].

Neben diesen Fehlern, die bereits im Gießprozess entstehen, treten auch Schädigungen durch Belastungen im Betrieb auf.

### 3.2 Werkstoff-Schädigungsmechanismen

Im Allgemeinen liegt eine anhaltende Schädigung des Werkstoffes vor, wenn sich die Verformung aus dem Elastizitätsbereich entfernt und somit irreversible Vorgänge ablaufen. Bei Metallen tritt dabei zuerst eine Verfestigung ein. Dieser Vorgang wird als Plastizität bezeichnet. Den von außen einwirkenden Kräften setzt der Werkstoff innere Kräfte, den sogenannten Formänderungswiderstand entgegen. Dieser Widerstand wird hauptsächlich durch die Festigkeit bei tiefen bzw. hohen Temperaturen, der Duktilität, dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten und dem Elastizitäts-Modul beeinflusst. Eine zeitabhängige Form der Verformung heißt Viskoplastizität oder auch Kriechen. Der Einfluss dieses Verhaltens steigt besonders bei hohen Temperaturen und entsteht aus äußeren Belastungsspannungen, Eigenspannungen oder stationären Wärmespannungen (Schütze 91). Einen weiteren Effekt auf die Schädigung von Werkstoffen haben die Korrosion und insbesondere die Oxidation. Dieses gilt wiederum besonders bei hohen Temperaturen und in aggressiven Atmosphären. Allgemein lassen sich somit die Beanspruchungen und deren Auswirkungen bei Hochtemperaturwerkstoffen in drei Bereiche unterteilen: thermisch, mechanisch und korrosiv. Thermische Belastungen treten in Fe-Legierungen bei Temperaturen von größer ca. 500°C und bei Temperaturwechseln auf. Diffusionskontrollierte Vorgänge wie das Klettern von Stufenversetzungen laufen thermisch aktiviert ab. Das bewirkt Erholung und Relaxation von Eigen- und Wärmespannungen, was wiederum Gefügeveränderungen bedingt, wie z.B. Kornwachstum, Vergröberung der Ausscheidungen, Rekristallisation und die Entstehung neuer Phasen. Aus den Temperaturwechseln entstehen zyklische Wärmespannungen. Bei zeitlich veränderlichen Wärmespannungen und Schwingungen ist mit niederzyklischer Ermüdung (LCF), hochzyklischer Ermüdung (HCF), thermo-mechanischer Ermüdung (TMF), Verzug des Bauteils und dem Abplatzen eventueller Deckschichten zu rechnen, was das Korrosionsverhalten entscheidend beeinflusst. Bei korrosiver Belastung in Form von Oxidation, Auf-, Entkohlung und vor allem bei Heißgaskorrosion kann sich durch Materialabtrag der tragende Querschnitt drastisch verringern. Korrosion verändert sowohl Oberflächen als auch das Gefüge und beeinträchtigt die mechanischen Eigenschaften [Bürgel 06]. Die schädigende Wirkung des Zusammenspiels zwischen Hochtemperaturkorrosion und mechanischen Spannungen muss berücksichtigt werden. Somit kann eine Gliederung der Themen in Festigkeit und Kriechen, in thermische Ermüdung und in Hochtemperaturkorrosion erfolgen. Im Bauteil jedoch besteht ein Zusammenhang bzw. ein Zusammenspiel der Schädigungsmechanismen. Ein sogenannter Belastungs-Korrosions-Riss entsteht durch von außen einwirkende Spannungen oder durch Eigenspannungen in Kombination mit Korrosion. Diese Schädigungen sollen in dieser Arbeit durch Werkstoffprüfung möglichst realistisch untersucht werden. Hier sind jedoch Einschränkungen zu beachten. Nach Schütze *et al.* [91] können Oxidationsversuche im Labor ohne zusätzliche mechanische Beanspruchung andere Ergebnisse liefern, als ein Versuch unter realen Bedingungen, z.B. die Belastung eines Bauteils im Betrieb. Da die Versuche bei Temperaturen von bis zu 1050°C durchgeführt werden, ergeben sich besondere Anforderungen an das verwendete Equipment.

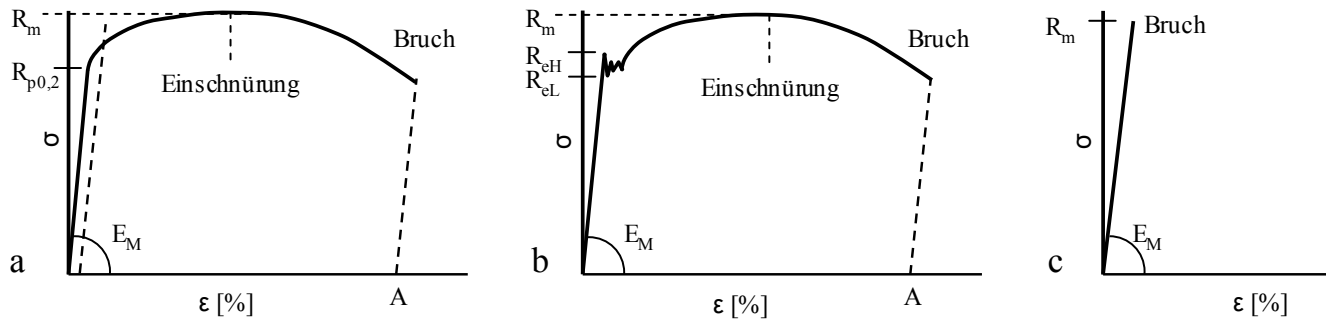
Wie bereits beschrieben, ist nach Merkel *et al.* [08] die Festigkeit der Widerstand gegen Verformung, welche im Extremfall zur Trennung führt. Wird das Metall einachsigt und senkrecht zur Oberfläche mit einer kleinen mechanischen Spannung belastet, so verformt es sich elastisch (Hookesches Gesetz). Die elastische Verformung  $\varepsilon_{el}$  ist der aufgebrachten Spannung  $\sigma$  proportional. Der Elastizitätsmodul  $E_M$  beschreibt den Proportionalitätsfaktor [Bürgel 05].

$$\sigma = E_M \cdot \varepsilon_{el} \quad (16)$$

Im einachsigen Spannungsfall wird das Spannungs-Dehnungs-Verhalten im Zugversuch (Abbildung 27) bestimmt. Es können Elastizitätsmodul  $E_M$ , Dehngrenze  $R_{p0,2}$  als Grenze der elastischen Verformung bzw. untere und obere Streckgrenze  $R_{eL}$  bzw.  $R_{eH}$ , Zugfestigkeit  $R_m$  sowie Bruchdehnung  $A$  ermittelt werden. Die Bruchdehnung kann auch als Maß für die Bruchzähigkeit bzw. Risszähigkeit angesehen werden. Der Widerstand gegen einsetzendes Risswachstum erhöht sich mit steigender Bruchdehnung



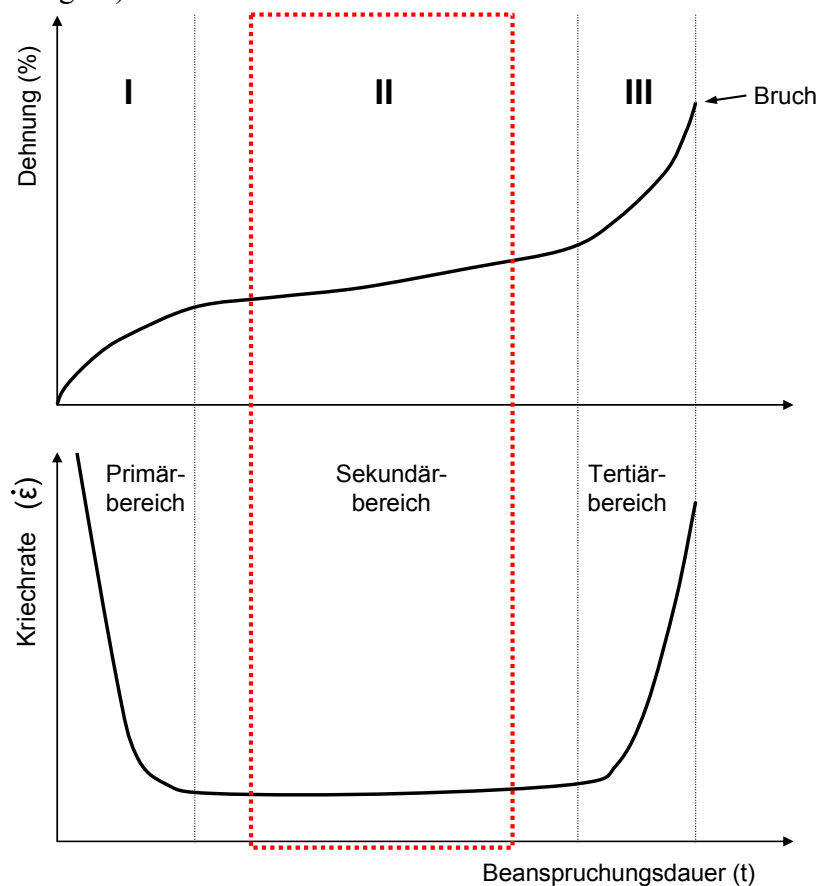
[Bargel 05, Rösler 06]. Die untersuchten austenitischen Werkstoffe sind als duktile Metalle in das Verhalten a) einzuordnen. Einige Sonderlegierungen stellen sich als spröde Werkstoffe (c) heraus.



**Abbildung 27: Spannungs-Dehnungs-Kurven, a) duktiles Metall ohne ausgeprägte Streckgrenze, b) duktiles Metall mit ausgeprägter Streckgrenze, c) sprödes Material nach [Rösler 06, Hornbogen 06]**

Während die hier betrachtete Dehnung als Quotient aus Längenänderung und Ausgangslänge bestimmt wird, muss bei der wahren Dehnung der Querschnitt der Probe nach Beginn der Einschnürung kontinuierlich gemessen und in die Bestimmung mit einbezogen werden.

Eine plastische, zeitabhängige Verformung eines Werkstoffes unter konstanter Last wird als Kriechen bezeichnet [ASM92]. Durch eine Belastung bei erhöhter Temperatur steigt die Dehnung des Bauteils bei konstanter Spannung mit der Zeit. Der Mechanismus des Kriechens wird durch die Kurve des Kriechversuchs beschrieben, bei der unter Temperatureinfluss die Kriechdehnung über der Zeit ermittelt wird. Diese lässt sich in drei Hauptbereiche unterteilen, in den Primär-, Sekundär- und den Tertiärbereich (Abbildung 28).



**Abbildung 28: ideale Kriechkurve nach [Bürgel 06, Rösler 06]**

Am Anfang des Primärbereichs erfährt der Werkstoff eine elastische und eine plastische Dehnung [Riedel 86]. Die elastische Dehnung ist auch ein Grund, warum bei eher niedrigen Versuchstemperaturen (750°C) ein anfänglicher Sprung in den später gezeigten Stufen-Kriechversuchen zu beobachten ist. Die Kriechrate  $\dot{\epsilon}$  verlangsamt sich durch die Entstehung eines engmaschigen

Versetzungsnetzwerks. Bei zeitlich veränderlichen Spannungen ist hier die Kriechrate von der Vorbeanspruchung abhängig. Nach jedem Spannungssprung erfolgt ein erneutes Anpassen des Versetzungsgefüges, was dazu führt, dass die absoluten Anfangs-Steigungen der Kriechversuche nicht identisch mit denen der Stufen-Kriechversuche sind. Bleibt die Spannung nach der Änderung lange genug konstant und der Kriechprozess wird stationär, wird die Erinnerung an die Vorbeanspruchung gelöscht und die Kriechrate hängt nur von der Temperatur  $T$  und Spannung  $\sigma$  ab. Im Sekundärbereich entsteht ein Gleichgewicht zwischen der von außen angelegten Spannung und inneren Spannungen, die durch die Versetzungen entstehen. Bei hohen Temperaturen entspricht die Anzahl der gebildeten Versetzungen (Verfestigung) der Anzahl der ausgelöschten Versetzungen (Erholung). Im stationären Kriechbereich ergibt sich aus der ersten Ableitung der Zeitdehnlinie die minimale Kriechrate  $\dot{\epsilon}_{\min}$ . Diese ist die Grundlage für das Norton'sche Kriechgesetz [Berns 08].

$$\dot{\epsilon}_{\min} \approx A_N \cdot \sigma^{n_N} \quad (17)$$

Es beschreibt die Spannungsabhängigkeit der Kriechrate. Spannungs- bzw. Kriechexponent  $n_N$  und Nortonfaktor  $A_N$  sind dabei temperaturabhängige Materialkennwerte. Der Exponent  $n_N$  ist ein Indikator für die Art der auftretenden Verformungsmechanismen im Werkstoff. Da neben der Temperaturabhängigkeit die verschiedenen Kriechverformungsmechanismen außerdem von der Spannung beeinflusst sind, kann der Kriechexponent den jeweiligen Mechanismus beschreiben. Die Literatur gibt an, dass ein Spannungsexponent von etwa 4 bis 5 bei Reinmetallen auftritt. Darunter liegt dieser mit  $n_N \approx 3$  bei einphasigen Legierungen und bei mehrphasigen Legierungen mit  $n_N \approx 40$  deutlich darüber. In den hier durchgeführten Kriechversuchen sind somit Werte von ca. 40 zu erwarten. In der Theorie bedeutet ein Spannungsexponent von  $n_N \approx 1$  einen Verformungsmechanismus, der ausschließlich auf dem Diffusionskriechen beruht. Leerstellen und Zwischengitteratome können durch das Kristallgitter diffundieren. Dieser tritt aber nur bei sehr kleinen Spannungen und gleichzeitig auch sehr kleinen Kriechraten auf. Bei Spannungsexponenten von  $n_N \approx 4$  bis 7 wird von Versetzungskriechen gesprochen, wobei durch thermisch aktivierte Prozesse Hindernisse überwunden werden. Bei  $n_N \approx 1$  bis 2 geht man von Korngrenzgleiten aus [Bürgel 06]. Um diese Prozesse näher zu untersuchen, sind weitere angepasste Kriechdaten nötig, die jedoch nicht Teil dieser Arbeit sind. Das Norton'sche Kriechgesetz ist eine Verkürzung für die komplexe Beschreibung des Kriechens; auch bekannt als Dorns Kriechgesetz [Frommeyer 06],

$$\dot{\epsilon} = k_S \frac{D_0 G_S}{k_B T} \left( \frac{|b_V|}{\bar{d}_K} \right)^{p_K} \left( \frac{\sigma}{G_S} \right)^{n_N} \exp \left( - \frac{Q}{k_B T} \right) \quad (18)$$

wobei  $k_S$  einen Strukturfaktor,  $D_0$  den Diffusionskoeffizienten,  $G_S$  den Schubmodul als Konstante für die lineare elastische Verformung,  $k_B$  die Boltzmann-Konstante,  $Q$  die Aktivierungsenergie und  $R$  die Gaskonstante darstellt. Der Term

$$\left( \frac{|b_V|}{\bar{d}_K} \right)^{p_K} \quad (19)$$

beschreibt die Korngröße, mit  $p_K$  als Korngrößenexponent,  $b_V$  als Burgers Vektor und  $\bar{d}_K$  als mittlere Korngröße. In der Praxis und für die hier ausgeführten Untersuchungen erweist sich jedoch das Norton'sche Kriechgesetz als sinnvolle Vereinfachung [Danzer 88].

Die Steigung der Gerade in Abbildung 29 stellt bei doppellogarithmischer Auftragung den Kriechexponenten dar [ASM92].

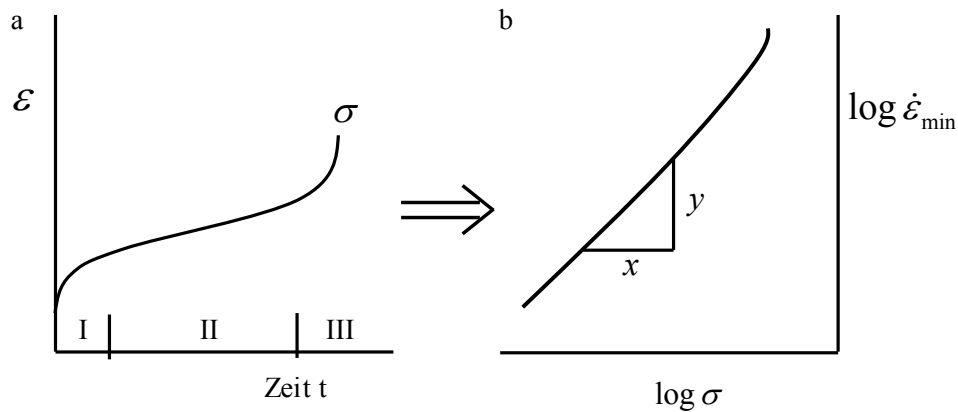


Abbildung 29: Auswertung der Zeitstandversuche nach [Berns 08, Danzer 88]

Daraus folgt die Berechnung dieses Faktors:

$$n_N = \frac{\log \dot{\epsilon}}{\log \sigma} = \frac{\log \dot{\epsilon}_{\max} - \log \dot{\epsilon}_{\min}}{\log \sigma_{\max} - \log \sigma_{\min}} \quad (20)$$

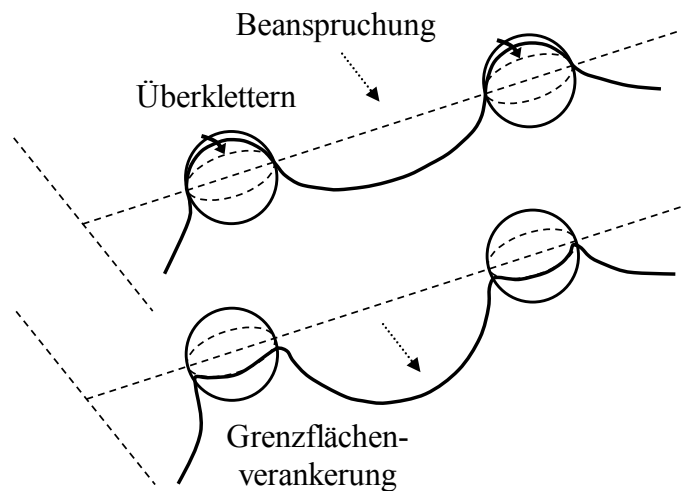
Im tertiären Bereich ist eine bereits weit fortgeschrittene Kriechschädigung zu finden, welche die Kriechrate erhöht und nach einer Einschnürung der Probe am Ende zum Versagen führt [Bürgel 06]. Die plastische Verformung infolge des Kriechens kann mit Hilfe der Zeitstandfestigkeit beschrieben werden, die dem Kriechversuch entnommen wird. Diese bezeichnet die Spannung, die nach einer vorgegebenen Anzahl an Stunden bei einer gegebenen Temperatur einen Bruch verursacht. Die Lebensdauer bei Hochtemperaturanwendungen ist grundsätzlich endlich. Bei höherer Temperatur und geringerer Zeit kann theoretisch ein Versuch mit geringerer Temperatur und längerer Zeit mit Hilfe des Larson-Miller-Parameters simuliert werden. Da aber bei Temperaturen größer 1000°C schon vermehrt Gefügeveränderungen stattfinden können, ist eine sinnvolle Berechnung nicht mehr möglich. Tabelle 9 zeigt Werte für Zeitstandfestigkeiten einiger Legierungen.

Tabelle 9: Zeitstandfestigkeit bei 600°C und 1000 h von Chrom-Nickel-Stählen [Schumann 07]

Zusammensetzung [Gew.-%]				$R_{m/1000/600^{\circ}\text{C}}$ [Nmm <sup>-2</sup> ]
C	Cr	Ni	Sonstige	
0,08	19	9,5	-	105
0,08	18,9	10,5	1 Nb	120
0,08	18	9,5	0,5 Ti	123
0,1	18	12	2,5 Mo	175
0,15	21	20	2 Co, 3 Mo, 2 W, 1 Nb 0,15 N	323
0,25	19	9	1,25 Mo, 1,2 W, 0,3 Nb, 0,2 Ti	350

Vor allem der Sprung der Zeitstandfestigkeit bei der prozentualen Masseerhöhung von Kohlenstoff und der Zugabe von Wolfram ist hier auffällig.

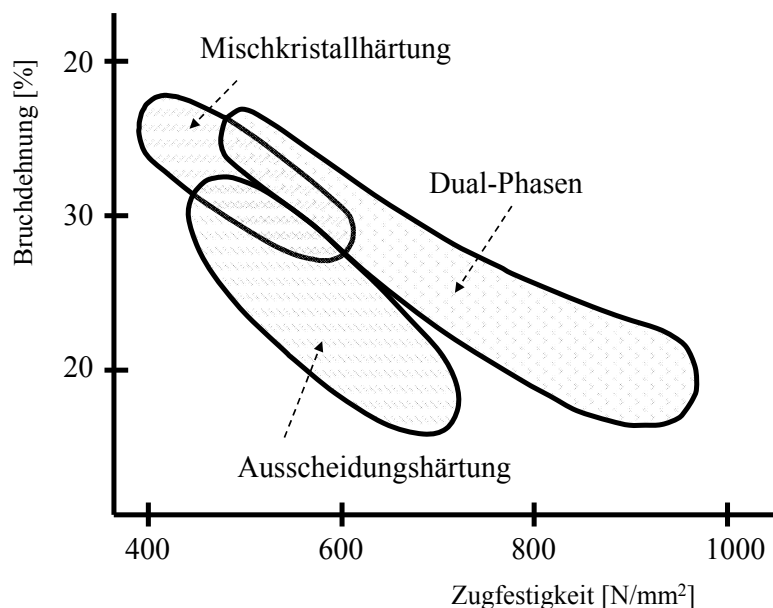
Legierungselemente wie Ti, Al und Nb bilden Karbonitride, die sich bevorzugt auf den Korngrenzen ausscheiden und somit den Vorgang des Kriechens behindern. Abbildung 30 zeigt wie die Bewegung der Versetzungen von den Ausscheidungen beeinflusst wird.



**Abbildung 30: Wechselwirkung einer Versetzung mit inkohärenten Teilchen nach [Bürkel 06]**

Auch das Gleiten von Korngrenzen kann durch diskrete Partikel, z.B. durch Karbide, behindert werden. Um ein Abgleiten der Korngrenzen aneinander zu ermöglichen, ist nun ein Materialtransport von der unter Druckspannung stehenden Flanke des Teilchens zu der unter Zug stehenden Flanke nötig [Rösler 06].

Abbildung 31 veranschaulicht allgemein die Möglichkeiten der Festigkeitssteigerung durch Mischkristalle, Dual-Phasen und Ausscheidungen in Abhängigkeit von der Bruchdehnung bei Raumtemperatur.



**Abbildung 31: Abhängigkeit Zugfestigkeit und Bruchdehnung bei Raumtemperatur nach [Llewellyn 98]**

Bei Anwendungen, die in einem großen Temperaturintervall stattfinden, muss bei der Betrachtung der Festigkeit eines Materials zwischen dem Bereich der tiefen und hohen Temperaturen unterschieden werden, da sich hier Prozesse grundsätzlich ändern können. Kornfeinung bedeutet, dass die Festigkeit und die Verformbarkeit metallischer Werkstoffe bei niedrigen Temperaturen durch kleinere Körner erhöht werden kann. Aber dies bedeutet auch, dass sowohl Korrosionsanfälligkeit als auch Kriechrate bei hohen Temperaturen steigen [Rösler 06]. Eine Festigkeitssteigerung bei erhöhten Temperaturen kann durch die Mischkristallhärtung herbeigeführt werden. Fremdatome werden temperaturstabil im Gitter des Basiselements eingelagert. Hochschmelzende Fremdatome, wie z.B. Wolfram und Molybdän gehen starke Bindungen mit der Matrix ein. Eine weitere Möglichkeit der Festigkeitssteigerung von Stählen im Hochtemperaturbereich besteht durch Karbidausscheidungen. Korngrenzen werden durch nichtkohärente Karbidausscheidungen in Form von  $M_7C_3$  und  $M_{23}C_6$  verfestigt. Hier weisen die Ausscheidungen vom Basismaterial abweichende Gitterstrukturen auf. Es wird angestrebt, fein verteilte

Partikel entlang der Korn- oder Phasengrenzen zu erreichen. Eine Agglomeration bzw. Schichtbildung führt wiederum zu Versprödung. Karbidausscheidungen haben einen komplexen Einfluss auf das Kriechen. Eine bessere mechanische Verzahnung der Korngrenzen wirkt dem Korngrenzengleiten entgegen. Durch die Ungleichmäßigkeit dieser Korngrenzen entstehen Bereiche, die als Senken für Leerstellen dienen können [Rösler 06]. Zusätzlich bilden sich feine und gleichförmig verteilte MC-Karbide nach Shingledecker [07] früh während der Kriechverformung auf der Versetzungsstruktur und blockieren diese.

Bei hohen Temperaturen sind alle Prozesse, die den Werkstoff verändern, Schädigungen. Selbst eine Verformungsverfestigung hat einen negativen Effekt, da bei hohen Temperaturen Erholungsprozesse die anfängliche Verfestigung auslöschen. Anhand von Verformungsmechanismen-Diagrammen lassen sich allgemein die einzelnen mikroskopischen Prozesse, die zur Schädigung führen, veranschaulichen. Diese zeigen schematisch die bei den jeweiligen Temperaturen und Spannungen vorherrschenden Mechanismen, durch die Verformungen, also auch das Kriechen, auftritt. Die Temperaturbereiche der Werkstoffänderungen sind für jeden Werkstoff spezifisch. Im Beispiel in Abbildung 32 gibt es bei hohen Temperaturen und relativ geringen Spannungen vier Bereiche, in denen Diffusion die bestimmende Rolle zur Verformung spielt: beim Versetzungskriechen die Versetzungskern- und die Volumendiffusion, beim Diffusionskriechen die Korngrenzen- (Coble) und die Volumendiffusion (Nabarro-Herring). Im Bereich tiefer Temperaturen unterscheidet sich die Kriechverformung von der plastischen Verformung in der Art, dass eine Stufenversetzung ein Hindernis, wie z.B. ein Ausscheidungsteilchen durch Klettern überwinden kann. Bei hohen Temperaturen werden bei allen Spannungen Leerstellen angelagert oder ausgesendet. Somit wird die Verformungsrate von der Geschwindigkeit bestimmt, mit der die Versetzungen Leerstellen anziehen und abstoßen. Wenn die äußeren Spannungen zu niedrig für Versetzungskriechen sind und hohe Temperaturen vorherrschen, wo die Zahl der Leerstellen stark ansteigt, ist das Diffusionskriechen dominant [Riedel 86]. Hier kann ein Leerstellentransport alleine bereits zu Verformungen führen, ohne dass Versetzungsbewegungen nötig sind. Durch die im Betrieb hohen vorherrschenden Spannungen und Temperaturen sind Versetzungsgleiten und Versetzungskriechen die hier vorherrschenden Mechanismen.

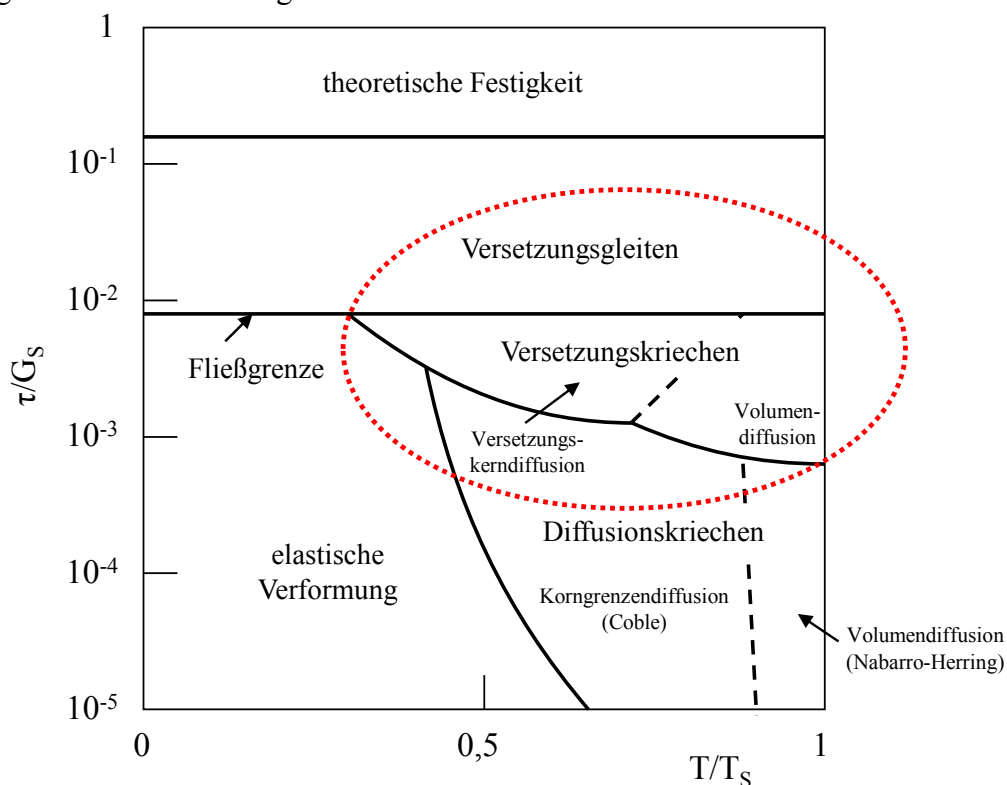
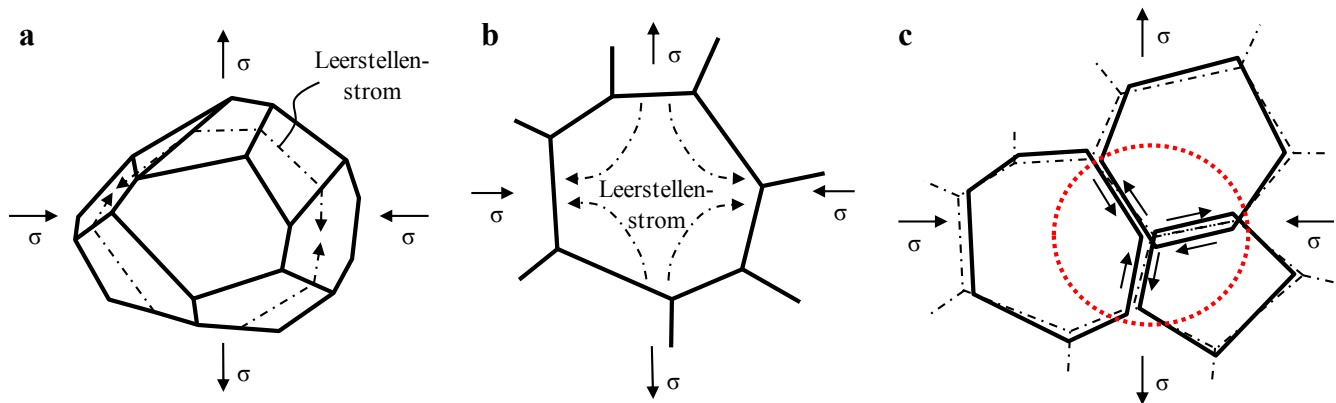


Abbildung 32: Verformungsmechanismuskarte nach [Riedel 86, Rösler 06]

Im Verhältnis Schubspannung  $\tau$  zu Schubmodul  $G_s$ , was den Gitterbindungskräften des Werkstoffs entspricht, wird die von außen aufgebrachte Spannung beschrieben. Bei der Korngrenzendiffusion

findet die Diffusion der Leerstellen entlang der Korngrenzen statt (Abbildung 33 a); bei der Volumendiffusion innerhalb des Korns (b). Korngrenzengleiten (c) ist erst bei hohen Spannungen dominant, die durchaus im Betrieb des hier betrachteten Bauteils auftreten.



**Abbildung 33: a) Diffusionskriechen entlang der Korngrenzen (Korngrenzendiffusion), b) Diffusionskriechen innerhalb des Korns (Volumendiffusion), c) Korngrenzengleiten nach [Rösler 06]**

Mit Kriechbruch bezeichnet man nun das Versagen kriechbeanspruchter Werkstoffe nach längerer Zeit, wobei das Material meist nicht im Korninneren, sondern überwiegend an den Korngrenzen, interkristallin versagt [Rösler 06]. Nur bei besonderen Kornstrukturen, wie z.B. stängelkristallinen Gebilden, oder hohen Spannungen ist ein teilweise oder vollständig transkristalliner Verlauf möglich. Die Kriechschädigung und damit die Zeit bis zum Bruch sowie die Zeitbruchverformung werden in großem Maße von der Kornform beeinflusst. Äquiaxiale Körner begünstigen die Abgleitrate nach Bürgel mit  $\sim 1/d_K$ . Wegen der geringen Kriechneigung von Einkristallen werden diese bevorzugt bei Gasturbinenschaufeln eingesetzt, die höchsten thermischen und mechanischen Belastungen ausgesetzt sind. Erste Anzeichen für Kriechschädigung können metallographisch schon nach etwa der halben Zeit bis zum Bruch nachgewiesen werden. Anders als beim Ermüdungsbruch gibt es vermehrt Rissausgangsstellen, die oft als Kriechporen bezeichnet werden. Anrisse entstehen, wenn sich diese Poren zu Ketten verbinden. Poren und Mikrorisse schwächen das Gefüge insgesamt. Unter Kriechbeanspruchung wachsen bereits vorhandene Mikrorisse und Poren schnell an [Schütze 91]. Wenn sich der Werkstoff in Richtung der anliegenden Spannung ausdehnt, wird Material durch Diffusionsprozesse aus dem Bereich der sich bildenden Pore verschoben. Hierfür ist eine bestimmte Energie notwendig. Die Überwindung dieser Barriere wird durch hohe Temperaturen und lange Versuchszeiten begünstigt.

Analog zur Verformungsmechanismuskarte kann dieses Verhalten anhand einer beispielhaften Bruchmechanismuskarte für polykristalline kfz. Werkstoffe veranschaulicht werden [Ashby 72] und gegebenenfalls mit realen Brüchen bzw. Rissen in Bauteilen nach Prüfstandsläufen verglichen werden. Die Unterscheidung zwischen trans- und interkristallinen Rissen stellt sich in der Realität aufgrund von Oxidationsprozessen als problematisch heraus. Im Bereich „kein Bruch“ (Abbildung 34) ist bei sehr langen Versuchszeiten ein Versagen durch Diffusionskriechen möglich. Dies gilt jedoch als technisch vernachlässigbar.

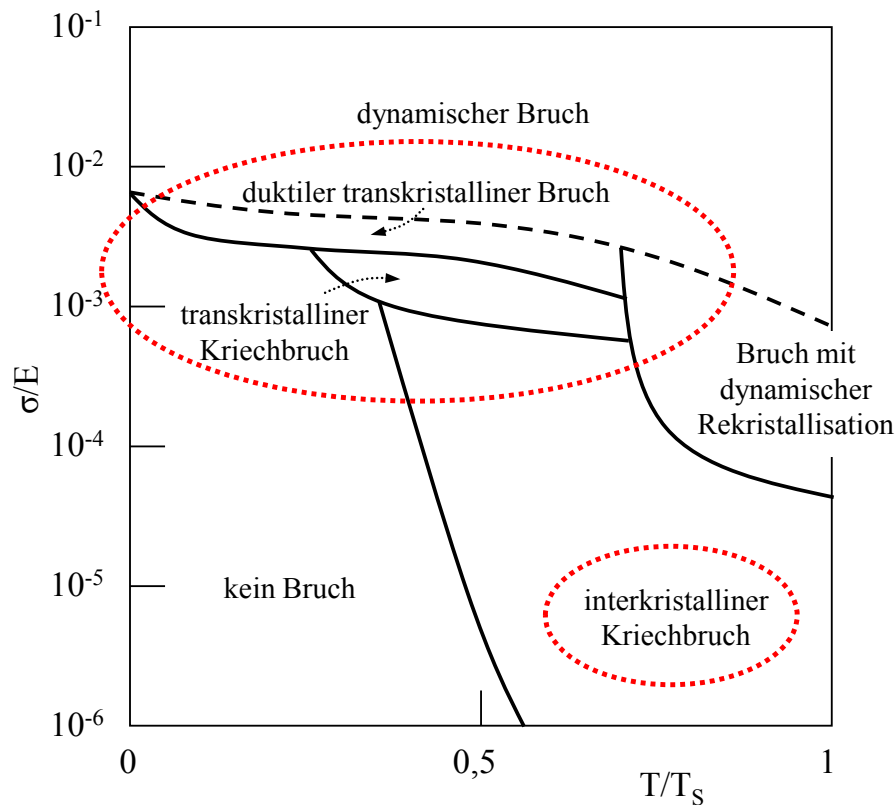


Abbildung 34: Bruchmechanismusdiagramm nach [Ashby 72]

Erstes Anzeichen einer Kriechschädigung ist die Bildung von Poren im Gefüge. Es tauchen sowohl keilförmige Risse an den Korngrenzentripelkanten in Abbildung 35 a) und b), als auch rundliche Poren an den unter Zugspannung stehenden Korngrenzen in c) und d) auf, die zu Rissen anwachsen. Sie stellen Ausgangsstellen insbesondere für interkristalline Risse dar.

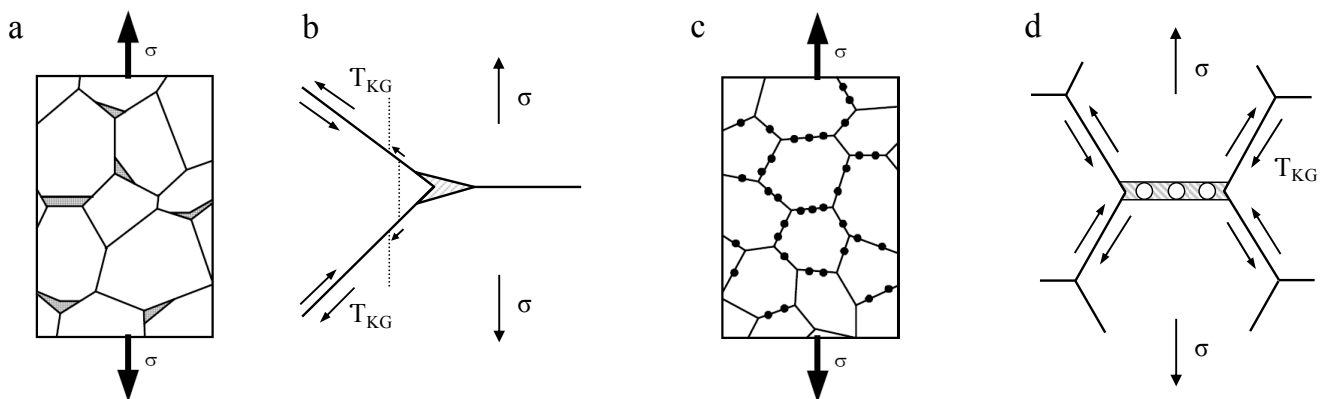


Abbildung 35: interkristalline Kriechschädigung: a) Keilrisse an Korngrenzentripelkanten, b) Mechanismus der Keilrissbildung durch Korngrenzengleiten, c) Poren, d) Zusammenwirken zwischen Korngrenzengleiten und Risswachstum an zugbelasteten Korngrenzen nach [Bürgel 06]

Sowohl Kavernenporen als auch Keilporen führen zu einer Verringerung des tragenden Probenquerschnitts und zu Spannungsüberhöhungen durch Kerbeffekte.

Eine weitere Schädigungsform ist die thermomechanische Ermüdung (TMF). Diese steht in Wechselwirkung mit dem Vorgang des Kriechens. Hier wird durch zyklisches Aufheizen und Abkühlen bei gleichzeitiger innerer und / oder äußerer Dehnungsbehinderung der Werkstoff sehr hohen Belastungen ausgesetzt, die ihn versagen lassen. Es liegt somit eine Überlagerung von mechanischer Ermüdungsbelastung und einer zyklischen thermischen Belastung vor. Entstehen Wärmespannungen durch plötzliche Temperaturänderung, so spricht man von einem Thermoschock. Die thermischen Dehnungen im Werkstück sind verantwortlich für die Wärmespannungen zwischen unterschiedlich dicken Bereichen des Materials. Übersteigen diese Spannungen einen kritischen Wert, kommt es zur

Schädigung des Materials [Bürgel 06, Rösler 06, Seidel 06]. Im Falle von thermomechanischer Belastung kann man auch von anisothermer LCF-Beanspruchung sprechen. Selbst wenn die induzierten Wärmespannungen unterhalb der makroskopischen Streck- oder Quetschgrenze bleiben, kann es bei wiederholten Temperaturzyklen zur thermischen Ermüdung mit Rissbildung und Risswachstum kommen. Es bilden sich keine rein elastisch reversiblen Dehnungen, sondern es treten inelastische Verformungsanteile auf. Bei hohen Temperaturen wird die elastische Deformation zeitabhängig in Kriechverformung umgewandelt, wenn die freie Ausdehnung behindert ist. Das heißt, die Wärmespannungen relaxieren. Durch die inelastischen Verformungen wird der Werkstoff in Form von Rissen geschädigt. Nach Hasse [96] hängen die induzierten Wärmespannungen, die aus den gegebenen Randbedingungen der jeweiligen Anwendung resultieren, dabei von Materialeigenschaften wie dem Elastizitätsmodul  $E_M$ , dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha$  und der Größe der Temperaturdifferenz  $\Delta T$  ab.

$$\sigma_{therm} = \alpha \cdot E_M \cdot \Delta T \quad (21)$$

Des Weiteren fließen sowohl werkstoffbedingte Eigenschaften wie Zugfestigkeit, Streckgrenze, plastisches Dehnungsvermögen, Temperaturleitfähigkeit und Korrosionsbeständigkeit als auch Bauteilgeometrie und Betriebsbedingungen ausschlaggebend in die Beständigkeit gegen thermische Ermüdung ein. Bei der Kriechermüdung bilden sich tendenziell bei eher tiefen Temperaturen Mikrorisse und vergrößern sich bei weiterer Beanspruchung. Bei höheren Temperaturen bilden sich Poren an den Korngrenzen im gesamten Bauteil, was dann durch die stets größer werdenden Risse zum Ausfall führt. Risse wachsen, da sich durch die sehr hohe lokale Spannungserhöhung besonders im Bereich der Rissspitze weiter Poren bilden. Die kritische Spannung zur Keimbildung für Poren sinkt mit steigender Temperatur. Kriechporen selbst sind im Bauteil nur schwer zu finden, weil sie sehr unregelmäßig im Gefüge verteilt sind.

Ein Ausdruck, mit dem die thermische Ermüdung bzw. Thermoschockempfindlichkeit bei einmaliger, bzw. wenigen Temperaturzyklen abgeschätzt werden kann, ist nach Bürgel [06] der sogenannte Wärmespannungsindex  $\chi$ ,

$$\chi = \frac{R_m \cdot \lambda}{\alpha \cdot E_M}, \quad (22)$$

wobei  $\lambda$  die Wärmeleitfähigkeit darstellt. Mit der Temperaturleitfähigkeit  $a$ , der Wärmekapazität  $c_W$  und der Dichte  $\rho$  wird diese wie folgt berechnet:

$$\lambda = a \cdot c_W \cdot \rho \quad (23)$$

Die Wärmeausdehnung  $\alpha$  bei ferritischem Stahl liegt im Bereich von ca.  $10 \times 10^{-6}$  1/K, bei Austenit bei ca.  $16 \times 10^{-6}$  1/K. Eine behinderte Wärmedehnung bzw. -schrumpfung kann folgende Ursachen haben: bei einer Einspannung des Bauteils z.B. durch Verschraubung mit anderen Komponenten spricht man von äußerer Dehnungsbehinderung, bei stationärer und instationärer ungleichmäßiger Temperaturverteilung über den Querschnitt und bei Werkstoffverbunden mit unterschiedlichem thermischen Ausdehnungsverhalten von innerer Behinderung. Im Mikrobereich gelten bereits verschiedene Phasen als Werkstoffverbund. Je höher  $\chi$ , desto geringer ist die Rissneigung bei Thermoschockbeanspruchung. Dieser Faktor sollte allerdings nur benutzt werden, wenn das Bauteil nur wenige schnelle Temperaturänderungen erfahren hat.

Bei zyklischen, anhaltenden Änderungen sind weitere Faktoren zu betrachten. Sowohl Gefügebau, -bestandteile, -stabilität, Korngrenzenbeschaffenheit und Ausscheidungen wie Nitride und Karbide als auch Einflüsse wie Gewichtsänderung durch Oxidation, Abplatzungen, Oberflächenveränderungen, Beständigkeit der Oxidschicht haben Einfluss auf das TMF-Verhalten. Deren Einflüsse können versuchstechnisch bestimmt werden und mit dem Ermüdungsverhalten verglichen werden. Faktoren wie  $\Delta T$ ,  $T_{max}$ , Geschwindigkeit der Temperaturänderung, Wanddicke, Wanddickenübergänge, Oberflächenrauheit werden hier nicht berücksichtigt, da diese aufgrund der Einsatzbedingungen und der Bauteilgeometrie bzw. -herstellung bereits vorgegeben sind und nicht variiert werden können. Bei der Ermüdungsschädigung können die Risse gleichmäßig im Gefüge verteilt sein. Beim periodischen



Aufweiten und Zusammendrücken der Risspitze verhindert die Korrosion das Zusammenschweißen frisch gebildeter Rissflächen unter Druckbeanspruchung. Auf der Oberfläche erzeugen auslaufende Versetzungen Stufen, die sich nicht mehr zurückbilden und zu Ex- und Intrusionen führen, was zu neuen potentiellen Anrisskeimen führt.

An dieser Stelle sei noch erwähnt, dass die Probengröße starken Einfluss auf die Art der Schädigung hat. Besonders bei kleinen Proben geht das Versagen meist von Fehlstellen auf der Oberfläche aus. Deshalb spiegeln Versuche an „kleinen“ Proben auch nicht immer das Verhalten von realen Bauteilen wider. Demgegenüber geht bei größeren Proben das Versagen in der Regel von Poren im Inneren aus [Bürgel 06].

Bei hohen Temperaturen spielt neben den bereits beschriebenen Schädigungsmechanismen die Oxidation eine weitere große Rolle. Diese kann direkt die Thermoschockbeständigkeit durch die Bildung von Oxiden in den Rissen beeinflussen. Gleichzeitig stellen die Oxidationsschichten auch die Grenzfläche zwischen Bauteil und Atmosphäre dar, die einen positiven oder auch negativen Effekt haben können.

Während des Einsatzes eines Abgasturboladers wird die Oberfläche des Werkstoffes Luft und heißen Verbrennungsgasen ausgesetzt. Deren Reaktion mit dem Werkstoff führen zu einer Verzunderung der Oberfläche und Ent- oder Aufkohlung der Randschichten. Diese Vorgänge beeinflussen sich gegenseitig und lassen das Bauteil möglicherweise im Betrieb versagen. Rostfreie Stähle haben generell eine gute Oxidationsbeständigkeit, sind aber anfällig gegenüber Lochfraß und Pockenbildung. Mögliche Ursachen können z.B. Mangansulfid-Einschlüsse und Teilchen einer zweiten Phase sein, wobei diese Art der Korrosion eher vereinzelt auftritt und als schwierig vorherzusagen gilt [Ryan 02]. In diesem Zusammenhang ist es wichtig, dass DIN-Angaben der verschiedenen Stahlsorten auf die maximale Einsatztemperatur an heißer Luft bezogen werden, wobei mechanische Beanspruchungen oder andere Gase nicht berücksichtigt werden. Deshalb muss jeder Werkstoff hinsichtlich Oxidation im Zusammenhang mit mechanischen Spannungen separat betrachtet werden.

Die Wechselwirkung zwischen Metall und seiner Umgebung führt zu einer Veränderung der Eigenschaften des Werkstoffes, besonders dessen Oberfläche. Da das korrodierte Metall thermodynamisch stabiler als der Ausgangszustand ist, kann dieser Vorgang nicht verhindert werden. Bei hohen Temperaturen in Zusammenhang mit Luft und anderen Gasen spricht man von Hochtemperaturkorrosion [Kunze 01]. Der metallische Werkstoff reagiert mit dem Sauerstoff aus der Atmosphäre und bildet Oxide, die sich in Form von Oxidschichten auf der Oberfläche ablagern und als Zunder bezeichnet werden [Sämann 02]. Hier gibt es verschiedenste Erscheinungsformen und Ausprägungen. Auftretende Prozesse wie Oberflächenveränderungen, Deckschichtbildung oder ins Material hineinreichende Gefügeveränderungen wie Korrosion entlang der Korngrenzen sind in Abbildung 36 aufgeführt.

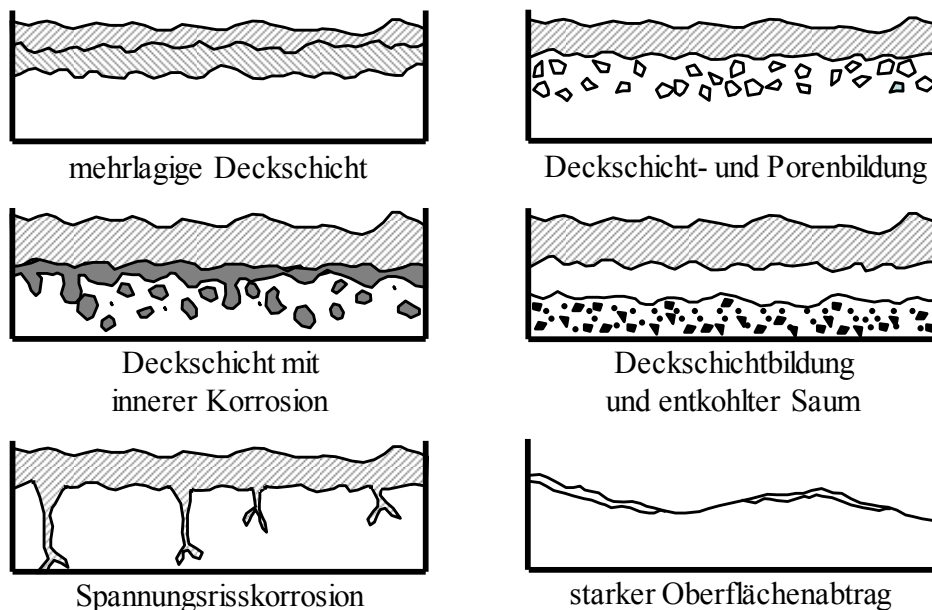


Abbildung 36: Arten der Hochtemperaturkorrosion nach [Krupp 99]

Aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten von Metall und Oxidschicht kommt es zu inneren Spannungen und die Schichten können aufplatzen oder abblättern. Das darunterliegende Metall ist nun wiederum der Oxidation ausgesetzt. Nickel und Chrom beeinflussen die Haftbeständigkeit der Oxidschicht positiv. Bei einer schützenden Schicht spricht man von Passivierung. In Abbildung 37 wird der prinzipielle Mechanismus der Schichtbildung gezeigt. Dadurch wird auch verständlich, wie eine innenliegende dichte  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ -Schicht gebildet werden kann.

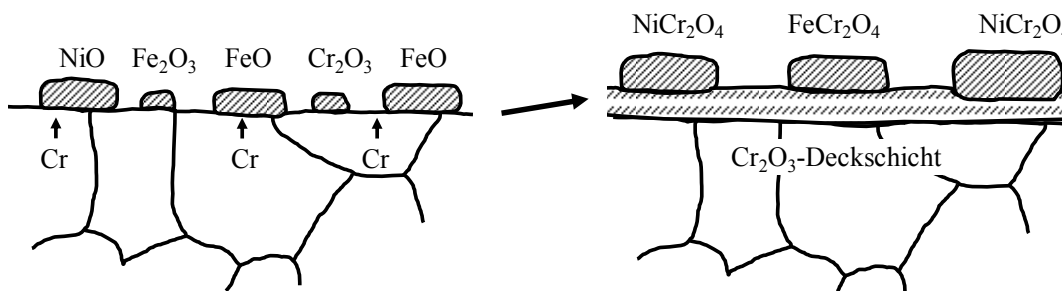


Abbildung 37: Oxidation einer FeNiCr Hochtemperaturlegierung nach [Kunze 01]

Eine Möglichkeit zur Beurteilung der Oxidationsbeständigkeit für austenitische Stähle gibt Mola [05] mit dem Pitting Resistance Equivalent (PRE) an; je höher desto beständiger (Angaben in Gew.-%):

$$PRE = \%Cr + 3,3\%Mo + 30\%N \quad (24)$$

Eine Modifikation der PRE-Wirksumme wird mit zusätzlichen Legierungselementen wie folgt beschrieben:

$$PRE_{\text{mod}} = \%Cr + 3,3\%Mo + 1,65\%W + 30\%N - 122\%(S + P) \quad (25)$$

Die in dieser Arbeit wichtigen Formen der Oxidation sind Aufkohlung mit dem einhergehenden „Metal Dusting“ und Kornzerfall. Bei der Aufkohlung erhöht sich der Kohlenstoffgehalt in der Legierung und nähert die Kohlenstoffaktivität an die der Gasatmosphäre an. Dies ist relevant, da ca. 0,05 Masse-% Kohlenwasserstoffe im Abgas enthalten sind. Eine mit der Aufkohlung verbundene Sonderform der Korrosion im Bereich von 500-800°C ist das Metal Dusting. Die Bildung von Metal Dust kann durch ausreichend hohe Konzentrationen von Chrom und Silizium unterdrückt werden. In aufkohlenden Atmosphären kann die Legierung in Kohlenstoff, Metallpartikel, Karbide und Oxide zerfallen [Toh 02]. Nach Jiangquing *et al.* [07] beginnt der Prozess mit einer Anreicherung und Sättigung von Kohlenstoff. Ablagerungen an der Oberfläche und an den Korngrenzen sind die Folge. Die Bildung von Graphitausscheidungen in Form von Teilchen und Fasern führt zum Zerfall der Metallmatrix. Dem

---

wirkt eine Bildung einer äußeren schützenden Schicht aus  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  und Spinellen entgegen. Wenn das Chrom in der Matrix nicht mehr in der Lage ist eine schützende Chromschicht zu bilden, dringt Sauerstoff und Kohlenstoff aus der Atmosphäre ungehindert in die Matrix ein. Da die Diffusion von Kohlenstoff höher als die von Sauerstoff ist, werden immer neue Karbide vom Typ  $\text{M}_3\text{C}_2$  gebildet, was zu einer weiteren Materialschwächung führt [Chun 07]. Durch starke interkristalline Korrosion kann es zum Kornzerfall kommen, wo große Bereiche voneinander gelöst werden und somit der gesamte Werkstoffverbund instabil wird. Dieser Effekt tritt besonders an rostbeständigen, austenitischen CrNi und CrMnNi-Stählen auf. Kohlenstoff wandert an die Korngrenzen und bildet  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , was zu einer Cr-Verarmung führt [Llewellyn 98]. Risse, Blasen und Löcher sind günstige Ausgangsstellen für die Oxidation. Die Anhaftung der Oberflächenschicht in der Nähe von Fehlerstellen ist geschwächt. Bei Spannungen zwischen dem Grundmetall und der Oxidationsschicht kann es zu Abplatzungen kommen. Besonders das Legierungselement Mangan scheint großen Einfluss sowohl auf das Korrosionsverhalten allgemein als auch auf das Hochtemperatur-Korrosionsverhalten zu haben. Die Bildung von MnS wirkt sich negativ auf die Beständigkeit gegen Lochkorrosion und Narbenbildung aus. Reaktive Elemente wie Yttrium verbessern die Haftfähigkeit der Oxidschicht und verändern zusätzlich die Morphologie der verschiedenen Oxidschichten [Tolpygo 98]. Eine Zugabe seltener Erden bewirkt eine flache und gut haftende Schicht, da diese Elemente verhindern können, dass sich Schwefel in der Grenzschicht zwischen Metall und Oxid anreichert und deren Haftung verschlechtert. Auch können schützende Chromschichten abplatzen, wenn durch deren wachsende Schichtdicke die inneren Spannungen zu hoch werden [Ramanathan 07].

An dieser Stelle sei noch erwähnt, dass Kaltverformung wie Zerspanen, Schleifen, Sandstrahlen oder Kugelstrahlen weiteren Einfluss auf das Oxidationsverhalten nimmt. Besonders durch Polieren der Oberfläche der hier verwendeten Proben kann die Bildung von Gruben oder Kavitäten vermieden werden. Auch organische Rückstände können zu beschleunigter Abplatzung während der Oxidation führen, was von Tolpygo *et al.* [98] bereits bei NiAl-Legierungen untersucht wurde und auch bei den dargestellten Versuchen eine nicht zu vernachlässigende Rolle spielen könnte.

## **4 Experimentelle Methoden**

Aufgrund der bereits gewonnenen Erkenntnisse wird eine Reihe von Experimenten definiert, mit denen die Eignung der Legierungen für den Einsatz als Werkstoff im Gehäuse von Turboladern überprüft wird. In den folgenden Kapiteln werden als erstes die untersuchten Legierungen vorgestellt. Um neue Erkenntnisse zu den einzelnen Legierungselementen zu erhalten, wurden die unterschiedlichen Werkstoffe hinsichtlich ihrer Bestandteile variiert. Hierbei ist darauf zu achten, dass die Wirkungsweise der Legierungselemente sowohl einzeln als auch in Kombination Einfluss auf die Eigenschaften eines Werkstoffes haben. Außerdem werden der systematische Weg der Legierungsentwicklung und die Herstellung von Probekörpern aufgezeigt. Der zweite Teil beschreibt die Methoden, mit denen die Eigenschaften bestimmt und untersucht werden, die aus den Anforderungen eines Turboladers im Betrieb entstehen. Neben standardisierten Zugversuchen sind Kriechversuche ein wichtiger Bestandteil dieser Arbeit. Da genormte Kriechversuche eine sehr lange Zeit in Anspruch nehmen, wird hauptsächlich auf Kurzzeitkriechversuche, sogenannte Stufenversuche bei definierten Temperaturen und Spannungen zurückgegriffen. Thermomechanische Eigenschaften und die TMF-Beständigkeit wird an Prinzipgeometrien auf einem Roboterprüfstand getestet. Oxidationsuntersuchungen mittels Thermogravimetrie und Auslagerungen sind beschrieben. Außerdem werden Untersuchungen am Bauteil durch Prüfläufe durchgeführt, die zur Verifikation der Ergebnisse aus den Prinzipuntersuchungen dienen. Durch die beschriebene Vorgehensweise werden die Hauptbestandteile einer Hochtemperaturlegierung definiert und bestimmt. Inwiefern die Legierungselemente die Temperaturbeständigkeit beeinflussen wird erläutert.

## 4.1 Legierungssysteme und Herstellung von Proben und Versuchsteilen

Dieses Kapitel beinhaltet die jeweilige Zusammensetzung der untersuchten Legierungen, deren Herstellung und die Analysemöglichkeiten.

Als erster Schritt auf dem Weg zu einer neuen Legierung steht die Auswahl der Ausgangslegierungen, die hauptsächlich aus Austeniten, Ferriten und Duplexvarianten bestehen. Sowohl DIN-Legierungen als auch weitere bereits bekannte Werkstoffe werden betrachtet. Die Legierungsentwicklung wird in die Untersuchung des in der Anwendung befindlichen Referenz-Werkstoffes GX40NiCrSiNb38-19 (Nr. 1.4849) [Norm a], der einen nichtrostenden, chemisch beständigen und hochwarmfesten Stahl darstellt, einer Basis-Werkstoffauswahl und mehreren Verbesserungsschleifen unterteilt. Des Weiteren werden mehrere Gießversuche dazu verwendet, um Prototypen der ATL-Gehäuse herzustellen. Eine erste Auswahl an DIN-Werkstoffen als Grundgerüst sind Legierungen, wie GX40CrNiSi27-4 (Nr. 1.4823), GX40CrNiSi22-10 (Nr. 1.4826), GX9CrNiSiNCe 21-11-2 (Nr. 1.4835), als verbesserte Variante von X15CrNiSi20-12 (Nr. 1.4828), GX40CrNiSi25-20 (Nr. 1.4848) und durch Literatur- und Patentrecherche ausgewählte und zusammengesetzte Werkstoffe wie DM6 (kann als Variante von GX40CrNiSi25-12 (Nr. 1.4837) gelten), DM2.1, DM3.1, DM4.1 und DM5 (auf Basis von FeAl). DM1 ist mit GX40NiCrSiNb38-19 vergleichbar, aber unter Vakuum in einer Kokille abgegossen. Das Kürzel DM steht hier für Daimler, die darauf folgenden Nummern werden nach der Reihe vergeben. Dies ist nötig, um die Legierung klar in ihrer genauen prozentualen Zusammensetzung zu beschreiben. Zum Vergleich werden auch Ferrite wie GX23CrMoV12-1 (Nr. 1.4931) und weitere Werkstoffe wie EN-GJSA-XNiSiCr35-5-2 (D5S), GJS-SiMo und Inco713C (Nr. 2.4671) untersucht. Bei der Literaturrecherche liegt das Augenmerk auf der maximalen Einsatztemperatur an Luft und der Hochtemperaturfestigkeit. Werkstoffnummern, Legierungszusammensetzungen und Beschreibungen sind im Stahlschlüssel [Wegst 92] nachzulesen. Abbildung 38 visualisiert die Gruppierung der untersuchten Legierungen. Die Übersicht der Legierungsvarianten hinsichtlich der Entwicklung eines neuen Werkstoffes ist in vier Abschnitte untergeteilt. Den ersten Schritt stellt eine Selektion dar, wobei zum Referenzwerkstoff GX40NiCrSiNb38-19 verschiedene Legierungen auf ihre Tauglichkeit für die hier beschriebene Anwendung untersucht werden. Ferner sind drei Optimierungsschleifen zu sehen, in der die Legierungselemente innerhalb von Gruppen variiert und angepasst werden. Auch in der jeweiligen Schleife selbst können Vergleiche zwischen den Werkstoffen angestellt werden, deren Informationen dann im nächsten Block weiter verwendet werden. Durch die Gegenüberstellung der Kennwerte ähnlicher Legierungen lassen sich Trends hinsichtlich der Verbesserung bzw. Verschlechterung der Werkstoffeigenschaften erkennen und der Einfluss der Legierungselemente wird quantitativ bewertet. Anhand ausgewählter Legierungen können fundierte Schlüsse zur genauen Wirkung der beteiligten Elemente gewonnen werden. Der Vorteil dieser Vorgehensweise ist deutlich eine Zeitersparnis im Vergleich zu im Voraus starr festgelegten Elementvariationen. Im Screening werden eine Reihe zu untersuchender Legierungen ausgewählt und anschließend nur vielversprechende Varianten weiterverfolgt. Positiv wirkende Elemente werden dann diesen Varianten zugemischt. Mit der besten Legierung beginnt eine neue Schleife. Dieses Vorgehen ist nötig, da zwar meist die wesentlichen Eigenschaften der Elemente in der Literatur bekannt sind, diese aber ungenau und auch nur richtungsweisend angegeben werden. Außerdem wird sowohl die gegenseitige Beeinflussung der Elemente vernachlässigt als auch das jeweilige zu Grunde liegende Matrixgefüge verschwiegen. Auf Basis von DM6, was die Grundlegierung für die darauf folgenden Werkstoffe darstellt, wird eine Untersuchung des Legierungselementes Wolfram initiiert. Dieses soll wesentlich zur Verbesserung der Kriechbeständigkeit bei hohen Temperaturen beitragen. Der Einfluss der Elementzugaben auf Gefügeausbildung, Festigkeit, Kriechen, thermomechanische Ermüdung und Oxidationsverhalten wird ermittelt.

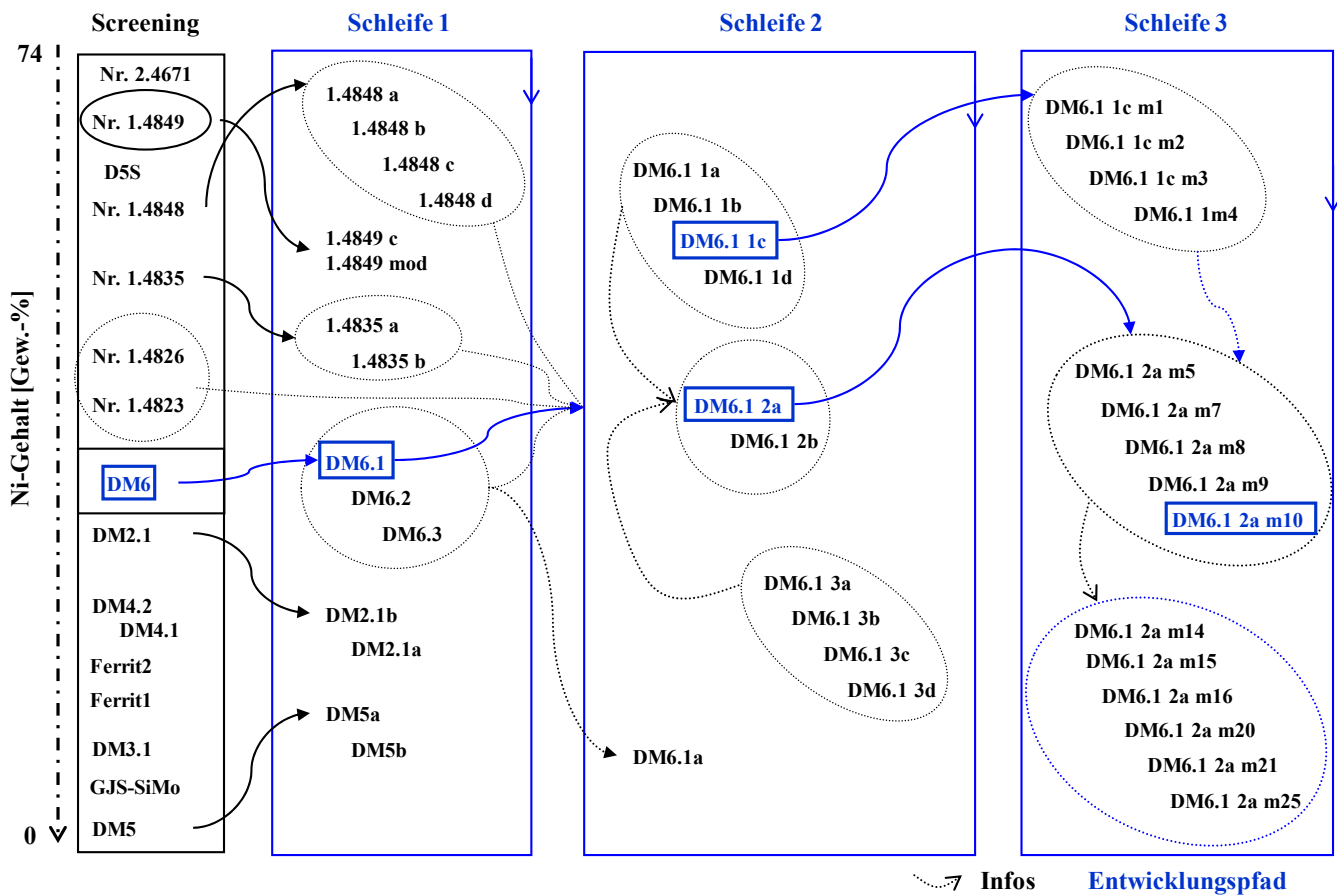


Abbildung 38: Übersicht der Legierungsvarianten

Der Referenzwerkstoff GX40NiCrSiNb38-19 (Nr. 1.4849), dessen Legierungselemente innerhalb der DIN-Norm in eher breiten Bereichen angegeben sind (Tabelle 10), entspricht in der Vorgehensweise mit fortlaufenden Nummern „D11“ (Tabelle 11).

Tabelle 10: Zusammensetzung GX40NiCrSiNb38-19

Werkstoff	% Ni	% Cr	% C	% Si	% Nb	% Mn	% P	% S	% Mo	% andere
Nr. 1.4849	36-39	18-21	0,3-0,5	1-2,5	1,2-1,8	max. 2	max. 0,04	max. 0,03	max. 0,5	-

Nr. 1.4849 DAG (bei Daimler AG abgegossen) setzt sich mittels Spektrometrie wie folgt zusammen:

Tabelle 11: Zusammensetzung Nr. 1.4849 DAG (D11)

Bezeichnung, Abgussort	Zähl-Nr.	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
Nr. 1.4849 DAG	D11	35,3	18,9	0,37	0,11	2,25	1,67	793	0,11	0,01	0,05 Mo

Die Gehalte bei D11 und anderen Stahllegierungen sollen für Phosphor max. 0,04 Gew.-% betragen, respektive für Schwefel max. 0,009 Gew.-%. Typische Begleitelemente in Stahl sind Sn, Zn, Pb, Sb, As, Bi, Ca und Te mit jeweils < 0,02 Gew.-%, die aus den Einsatzstoffen stammen oder im Schmelzprozess auftreten [Merkel 08].

Tabelle 12 korreliert die Legierungselemente mit den zugehörigen untersuchten Legierungen. Insgesamt werden 69 Legierungen abgegossen und untersucht. Weiterhin werden neben der Probengenerierung zahlreiche weitere Gießversuche zur Herstellung von Prototypen und für Untersuchungen der allgemeinen Gießbarkeit durchgeführt. Die erste Spalte führt die Bezeichnung der Legierung auf, die während dieser Arbeit entstand. Der jeweilige Abgussort wird berücksichtigt, wobei DAG für Daimler AG in Mettingen, IfG für Institut für Gießereitechnik in Duisburg, MPI für Max-Planck Institut für Eisenforschung in Düsseldorf und WAG für Wolfensberger AG in Bauma, Schweiz steht. In der zweiten Spalte kennzeichnet „1“ die Ausgangs-Legierungen, „2“ die erste Optimierungsschleife, „3“ die zweite und „4“ die dritte. „5“ bedeutet eine zusätzliche Untersuchung einzelner Legierungselemente,

die nicht in eine bestimmte Optimierungsschleife eingeordnet werden können und „6“ die Versuche, die zur Darstellung von Prototypen verwendet werden. Spalte drei ist eine laufende Nummer, mit der die Legierungen in den nächsten Kapiteln bezeichnet werden. Die Zusammensetzung von DIN-Nummer und Abgussort ermöglicht es, die genaue Analyse des Werkstoffs darzustellen, wohingegen DIN-Angaben allein ein äußerst breites Intervall der einzelnen Legierungselemente aufweisen.

**Tabelle 12: untersuchte Legierungen, Elementzusammensetzung**

DIN bzw. interne Bezeichnung, Abgussort		Zähl-Nr.	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
Nr. 1.4823 DAG	1	D1	3,41	25,9	0,48		1,87	0,16	470	0,12	0,09	-
Nr. 1.4826 WAG	1	D2	10,3	21,3	0,36	0,02	1,99	0,01	517	1,1	0,05	-
Nr. 1.4835 WAG	1	D3	11,6	20,8	0,07	0,02	1,52	0,01	1916	0,53	0,01	0,054 Ce
1.4835 1a WAG	2	D4	11,7	24,3	0,07	0,02	1,46	0,1	2746	0,49	0,01	0,015 Ce, 0,11 Mo
1.4835 1b WAG	2	D5	12,2	20,9	0,13	0,03	1,43	1,61	1914	0,54	0,01	0,11 Mo
Nr. 1.4848 DAG	1	D6	22,9	25,2	0,42	0,04	1,96	0,65	464	0,08	0,01	0,42 Mo
1.4848 1a DAG	2	D7	18,3	24,5	0,3	0,03	2,12	0,07	2183	0,11	0,01	-
1.4848 1b DAG	2	D8	18,1	24,1	0,33	1,02	2,2	0,07	2160	0,11	0,01	-
1.4848 1c DAG	2	D9	17,8	23,8	0,35	1,02	2,2	0,99	2124	0,11	0,01	-
1.4848 1d DAG	2	D10	17,9	23,7	0,36	1,02	2,1	0,99	2156	0,1	0,01	0,115 Ce
Nr. 1.4849 DAG	1	D11	35,3	18,9	0,37	0,11	2,25	1,67	793	0,11	0,01	0,05 Mo
1.4849 1c DAG	2	D12	13,5	17,4	0,34	0,02	2,3	1,59	352	0,07	0,01	
1.4849 1 IfG	5	D13	34,3	19	0,44	0,15	2,29	1,54	837	0,22	-	0,15 Mo
1.4849 2 IfG	5	D14	34,2	19	0,44	0,15	2,25	1,55	847	0,52	-	0,15 Mo
DM1-Nr. 1.4849 MPI	1	D15	36,2	17,9	0,28	0,11	2,37	1,84	43	0,14	0,01	-
DM2 MPI	1	D16	2,92	16,2	0,12	-	2,41	-	1940	8,12	-	-
DM2.1 MPI	2	D17	5,04	18,7	0,14	0,01	3,27	0,01	2570	7,96	0,01	-
DM2.1a MPI	3	D18	8,11	18,8	0,31	0,01	3,39	1,01	2390	8,33	-	-
DM2.1b MPI	3	D19	12,1	19,1	0,32	0,01	3,32	0,95	2880	8,34	-	-
DM2.1c MPI	3	D20	11,3	18,2	0,32	0,82	3,59	0,95	2310	8,04	-	-
DM2.1 1 IfG	3	D21	5,13	19,1	0,19	0,02	3,37	0,01	2068	0,12	-	-
DM2.1 2 IfG	3	D22	5,16	19,1	0,18	0,01	3,52	0,01	1890	7,9	-	-
DM2.1 3 IfG	3	D23	5,19	18,9	0,27	0,01	3,83	0,01	2233	14,1	-	-
DM3.1 MPI	1	D24	0,02	20,4	0,41	0,01	2,04	0,77	3880	8,07	0,01	-
DM 4.1 MPI	1	D25	3,02	18,3	0,98	-	2,23	-	-	8,48	8,28	0,48 B
DM 4.2 MPI	1	D26	4,83	20,7	0,13	-	2,68	-	-	8,41	7,5	0,5 B
DM 5 MPI	1	D27	-	3,37	0,05	-	0,18	0,58	-	-	14,8	0,61 Mo
DM 5a MPI	2	D28	-	3,61	0,06	-	0,43	0,65	-	-	14,8	0,61 Mo
DM 5b MPI	2	D29	-	3,65	0,05	-	0,29	0,66	-	-	21,6	0,61 Mo
DM 6.1 MPI	1	D30	11,7	21,4	0,32	0,78	0,29	0,76	68	1,1	0,01	-
DM 6.1a MPI	2	D31	12,3	22,1	0,33	0,97	1,13	1,14	140	1,22	-	0,024 Y
DM 6.2 MPI	1	D32	11,5	22	0,31	3,6	1,24	0,68	449	0,99	0,01	-
DM 6.3 MPI	1	D33	11,6	21,2	0,23	0,89	1,07	0,66	778	0,88	0,01	-
DM 6.1 1a DAG	3	D34	11,8	21,5	0,27	0,02	0,56	0,93	297	0,82	0,01	-
DM 6.1 1b DAG	3	D35	11,7	21,3	0,25	0,85	0,52	0,91	350	0,74	0,01	-
DM 6.1 1c DAG	3	D36	11,6	21,1	0,28	1,01	1,04	0,92	365	0,73	0,01	-
DM6.1 1c m1 IfG	4	D37	11,1	20,3	0,31	0,91	0,96	0,9	218	0,94	0,01	0,109 Ce
DM6.1 1c m2 IfG	4	D38	11,4	20,5	0,3	0,95	1,02	0,95	224	1,04	0,08	-
DM6.1 1c m3 IfG	4	D39	11,5	20,4	0,31	0,96	1,08	0,97	214	1,07	0,21	-
DM6.1 1c m4 IfG	4	D40	11,4	20,5	0,3	0,96	1,15	0,94	293	1,1	0,31	-
DM 6.1 1d DAG	3	D41	11,4	20,3	0,26	0,97	1,05	0,9	347	0,74	0,9	0,19 Ti

DIN bzw. interne Bezeichnung, Abgussort		Zähl- Nr.	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
DM6.1 2a WAG	3, 6	D42	11,6	23,9	0,35	1,01	1,17	1,01	2560	0,33	0,01	-
DM6.1 2a m5 IfG	4	D43	11,4	23	0,28	0,94	1,05	0,93	3029	0,11	-	0,01 Zr
DM6.1 2a m7 IfG	4	D44	11,6	23,8	0,34	0,96	1,13	0,95	3223	0,11	-	-
DM6.1 2a m8 IfG	4	D45	11,7	24	0,3	0,97	1,22	0,79	3187	0,13	-	-
DM6.1 2a m9 IfG	4	D46	11,7	23,9	0,28	0,91	1,1	0,02	3230	0,1	-	-
DM6.1 2a m10 IfG	4	D47	11,6	23,2	0,32	0,96	1,12	0,3	3164	0,15	-	-
DM6.1 2a m10 W WAG	4	D48	11,7	23,48	0,33	0,95	1,07	0,3	2700	0,22	0,02	0,02 Al
DM6.1 2a m11 IfG	4	D49	11,4	22,1	0,3	0,87	1,08	0,44	1181	0,18	-	-
DM6.1 2a m12 IfG	4	D50	11,7	19,3	0,27	0,68	0,99	0,42	927	0,14	-	-
DM6.1 2a m13 IfG	4	D51	11,6	23	0,32	0,88	1,02	0,43	1122	0,15	-	-
DM6.1 2a m14 IfG	4	D52	11,5	22,7	0,22	0,88	1,03	0,44	815	0,16	-	-
DM6.1 2a m15 IfG	4	D53	11,4	23,6	0,32	0,89	1,27	0,43	2720	0,12	-	-
DM6.1 2a m16 IfG	6	D54	11,6	23	0,41	0,92	1,19	0,45	2618	0,12	-	-
DM6.1 2b WAG	3, 6	D55	11,8	24,1	0,35	0,98	1,1	1,01	2460	0,31	0,01	0,1 Mo, 0,3 V
DM6.1 2c WAG	3	D56	11,4	24,2	0,35	1,01	1,17	1,01	2690	0,27	0,03	0,3 V, 0,01 Zr
DM6.1 3a DAG	2	D57	9,44	23,35	0,27	0,29	1,49	0,32	2100	0,19	0,01	-
DM6.1 3b DAG	2	D58	9,35	23,32	0,29	0,29	1,54	0,32	2100	0,84	0,01	-
DM6.1 3c DAG	2	D59	9,03	22,94	0,29	1,04	1,59	1,07	2000	0,85	0,01	-
DM6.1 3d DAG	2	D60	8,93	23,82	0,29	1,19	2,15	1,13	1950	0,78	0,01	-
Nr. 1.4931 Ferrit 1 WAG	1	D61	0,67	12,09	0,17	-	-	-	-	0,59	-	1,11 Mo, 0,3 V
Ferrit 2 m6 IfG (F5N)	1	D62	1,81	17,2	0,41	1,96	0,39	1,54	-	0,42	-	-
D5S WAG	1	D63	34,23	1,73	1,79	-	4,4	-	-	0,76	-	0,11 Mg
GJS-SiMo	1	D64	-	-	3,16	-	4,06	-	-	-	-	0,91 Mo, 0,37 Mg
Nr. 2.4671 (Inco713C)	1	D65	73,4	13,64	0,1	-	0,01	2,02	-	0,03	3,85	0,9 Ti, 3,9 Mo, 0,6 Co
1.4849 Si mod	2	D66	35,7	19	0,35	0,1	1,05	1,7	830	0,12	0,01	-
DM6.1 2a m20 IfG	4	D67	11,8	22,8	0,46	0,84	1,29	0,46	2465	0,18	-	-
DM6.1 2a m21 IfG	4	D68	11,8	22,7	0,46	0,84	1,27	0,45	2449	0,45	0,01	-
DM6.1 2a m25 IfG	4	D69	4,98	23,6	0,29	0,99	1,01	0,48	1929	0,18	-	-

Mittels dieser Logik lassen sich die einzelnen Legierungselemente mit den untersuchten Werkstoffen korrelieren, zu denen in den Versuchen Informationen generiert werden können.

**Tabelle 13: Legierungselemente – untersuchte Legierungen**

Legierungselement	untersuchte Legierungen
Al	D25, D26, D27, D28, D29, D38, D39, D40, D41, D42
C	D44, D52, D54
Cer	D10, D37
Cr	D3, D4, D5, D11, D12
Mn	D12, D13, D14, D24, D42, D58, D63, D64, D67,68
N	D3, D4, D6, D7, D40, D47
Ni	D1, D2, D12, D17, D18, D19, D57, D62, D63, D64, D65
Nb	D4, D5, D8, D9, D30, D31, D59
Si	D3, D30, D31, D35, D36, D45, D60, D66
V	D55
W	D7, D8, D20, D30, D32, D33, D34, D35
Y	D31, D61
Zr	D6, D43

Die Elemente der Legierungen konnten innerhalb folgender Grenzen untersucht werden:

**Tabelle 14: Grenzen Legierungselemente**

Element	Grenzen [Gew.-%]	
	min.	max.
Ni	0	36
Cr	13,5	26
C	0,07	0,5
Si	0,2	2,2
Nb	0	1,8
W	0	3,6
N	0	0,38
Mn	0,1	8
Cer	0	0,1
Al	0	21
V	0	9,3
Y	0	0,02
T	0	0,2

Um Legierungen bezüglich ihrer Elemente genau einzustellen und diese gegebenenfalls korrigieren zu können, sind zuverlässige und schnelle Methoden nötig, genaue Analysen vorzunehmen. Die Atom-Emissions-Spektroskopie (AES) beruht auf dem Prinzip der Spektralanalyse, bei der nach dem Gesetz von Kirchhoff jede Materie auf der Wellenlänge Licht absorbieren kann, auf der sie auch Licht emittiert. Das strahlende System besteht aus Atomen und Molekülen und bildet ein Emissionsspektrum. Somit wird die Strahlungsenergie bei charakteristischen Wellenlängen in einem Linienspektrum emittiert. Am gebräuchlichsten ist die optische Emissionsspektrometrie. Durch Bogen- oder Funkenentladung wird Probenmaterial bei Temperaturen bis zu 10000 K verdampft. Bei der Funken-OES (z.B. mit Geräten von SPECTRO wie SPECTROMAXx) löst der Funke ca. 400-mal pro Sekunde aus. Die freigesetzten Atome und Ionen werden zur Emission von Strahlung angeregt. Die Strahlung wird in einzelne spektrale Komponenten zerlegt und die geeigneten Wellenlängen der jeweiligen Elemente werden verstärkt und gemessen. Die Strahlungsintensität wird mit Kalibrierdaten verglichen und ausgewertet [Klemm 08, Lührs 96]. Bei der Flammen-Atomemissionsspektrometrie (F-AES) werden die äußeren Valenzelektronen der Materialprobe mittels einer Flamme angeregt und auf ein höheres Energieniveau angehoben. Bei ihrem Rückfall emittieren sie ihr elementspezifisches Spektrum. Eine weitere verwendete Analyseverfahren, insbesondere für O, N, C, S und H, ist die Trägerheißgasmethode durch Schmelzextraktion mit ON-mat 8500 [Gruner 92, Gruner 02]. Im Falle von Stickstoff wird der freigesetzte Stickstoff nach dem Erhitzen der Probe auf ca. 2700°C quantitativ ausgewertet. Zum Vergleich der Ergebnisse wird insbesondere bei der Bestimmung von Stickstoff auf weitere Analysatoren wie TC-500 der Firma Leco verwiesen.

Die geschätzten Toleranzen für die Abweichungen der einzelnen Legierungselemente aus der Kombination der Messverfahren sind in Tabelle 15 dargestellt.

**Tabelle 15: Abweichungen Elemente**

Spektrometer [Gew.-%]									
Ni	Cr	C	Si	W	Nb	N	Mn	P	S
0,2	0,2	0,02	0,05	0,06	0,06	0,005	0,05	0,005	0,005

Besonders bei Elementen, die nur einen sehr geringen Gehalt aufweisen, steigt die Ungenauigkeit stark an. Hier kommen zusätzliche Messmethoden zum Einsatz (wie die Bestimmung der Elemente im Transmissionselektronenmikroskop), um dennoch eine fundierte Aussage zur Zusammensetzung treffen zu können. An dieser Stelle ist noch zu erwähnen, dass selbst dann teilweise nur das Vorhandensein eines Elements bestimmbar ist, nicht jedoch der prozentuale Anteil.

Probegeometrien und Bauteile werden bei der Daimler AG, am Institut für Gießereitechnik, am Max-Planck Institut für Eisenforschung und bei der Wolfensberger AG abgegossen.



Zur Herstellung von Probelegierungen sind in einem ersten Schritt die Ausgangsstoffe bzw. die jeweils notwendigen Vorlegierungen auszuwählen (für D11 in Abbildung 39).

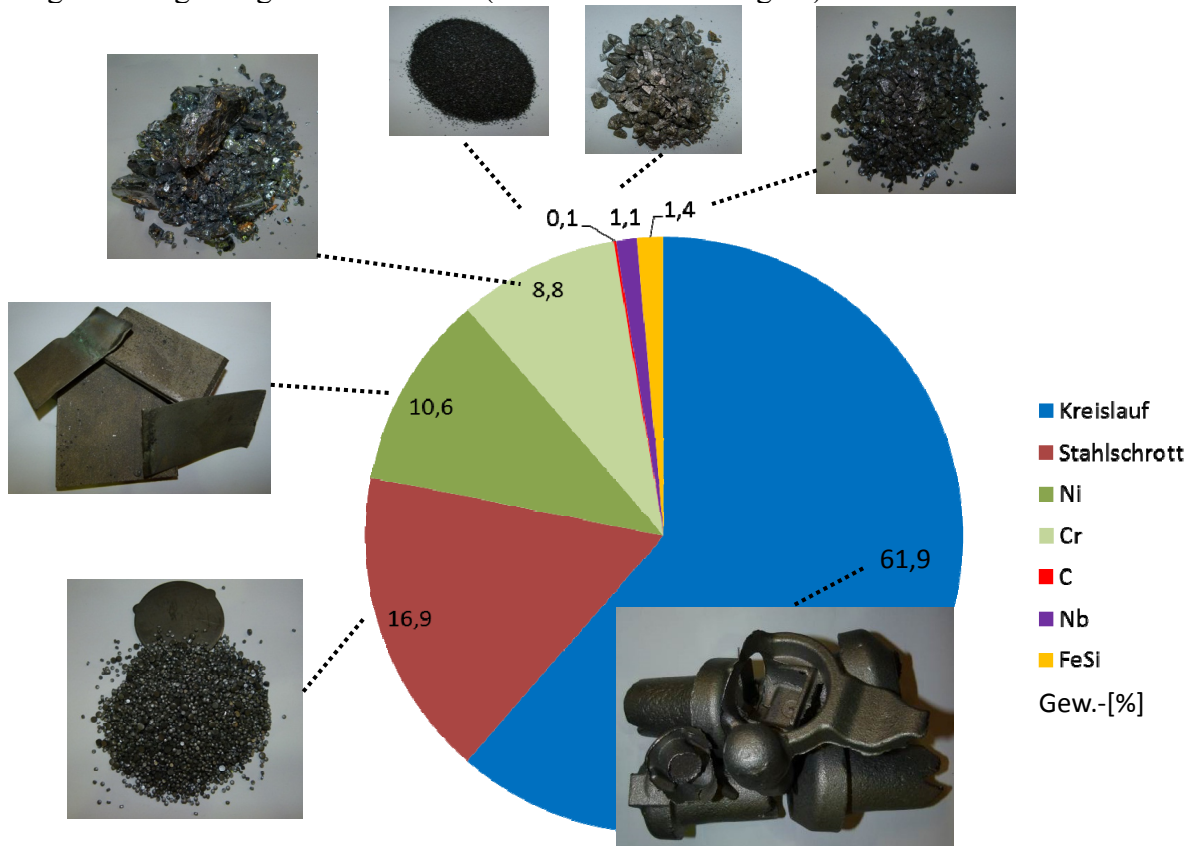


Abbildung 39: Einsatzmaterialien für D11

Anschließend wird die Schmelztechnik mit dem Gießequipment festgelegt und die Legierungen in die entsprechenden Probeformen gegossen. Bei Wolfensberger können ca. 500 kg im Mittelfrequenz Elektro-Induktionsofen geschmolzen und anschließend in Tiegel gefüllt werden (Abbildung 40 a).

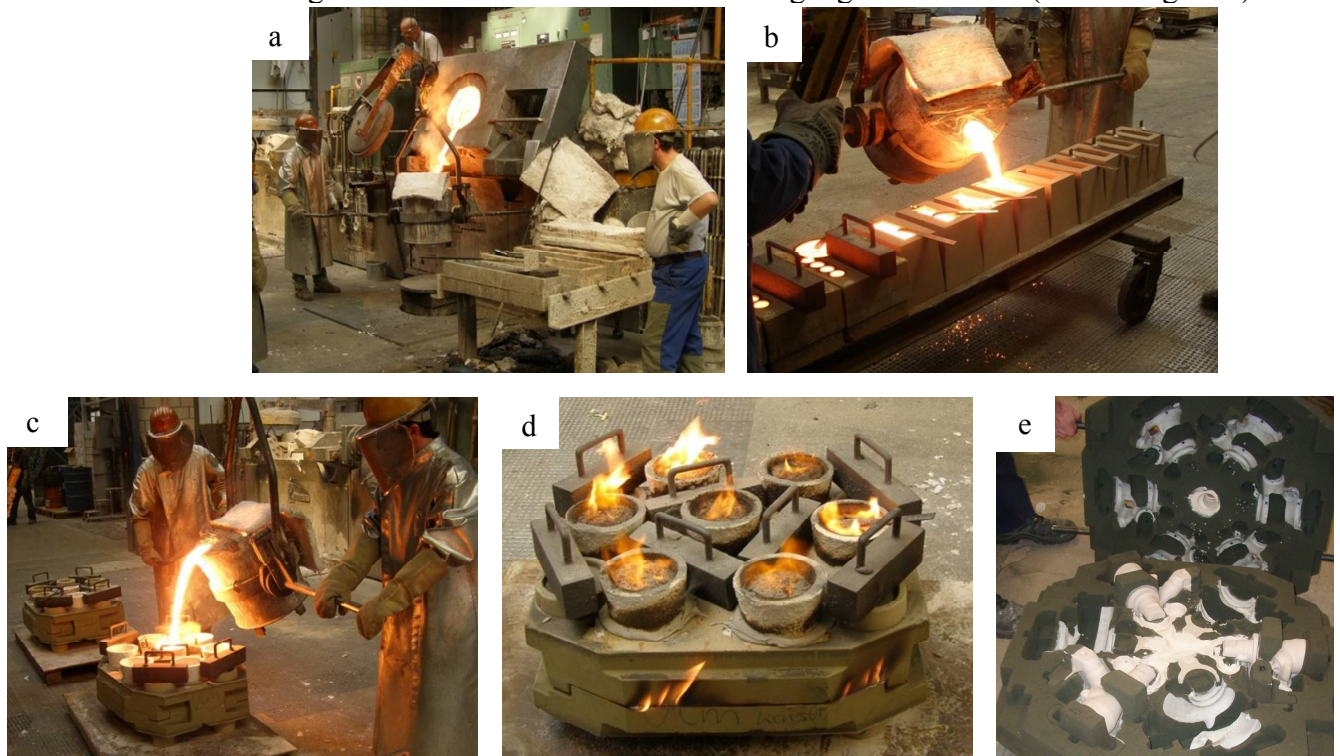


Abbildung 40: Abguss Wolfensberger

Mittels Schwerkraft (b) erfolgt der Abguss. Sowohl Y-Proben (b) (siehe zu deren Form auch Abbildung 51 a) für die diversen Versuche, als auch Bauteile (c, d) werden realisiert. In e) ist ein aufgeklapptes der Serienproduktion entnommenes Kernpaket dargestellt, das von Niederdruckguss auf Schwerkraftguss umgebaut wurde.

Bei der Herstellung von Prototypen steht an erster Stelle der Aufbau eines Kernpaketes mittels rechnergestützten Konstruierens (CAD), das aus einem Grund- und Abdeckkern, und mehrteiligen Innenkernen besteht. Diese bildet die Negativform des Gussstücks; inklusive der Korrektur für die Festkörperschwindung. Ambos *et al.* [92] gibt einen fundierten Überblick über das Gestalten von gussgerechten Bauteilen. Im Kernpaket ist der Einguss für die Zuführung des Metalls verantwortlich, der Gießlauf leitet die Schmelze in die Form und der Anschnitt die Schmelze zum Kernhohlraum. Durch ein optimiertes, druckloses Angussssystem ist ein turbulenzfreies Gießen möglich. Mit dem Modell inklusive Speisern, die eine Durchspeisung des thermischen Zentrums gewährleisten, kann in einem ersten Schritt die Gießbarkeit bewertet werden. Durch die Software Magmasoft® werden die Füllung der Form und die Erstarrung des Gussteils simuliert. Dabei auftretende Vorgänge werden durch partielle Differentialgleichungen an den Knotenpunkten eines über das Bauteil gespannten, dreidimensionalen Netzes beschrieben [Schmid 99]. Die Finite-Differenzen-Methode ist die Basis der numerischen Berechnung [Ha 99]. Nach Herfurth *et al.* [03] und Treitler [05] wird die Formfüllung mittels der Kontinuitäts- und der Navier-Stokes-Gleichung bestimmt. Die Navier-Stokes-Gleichung dient zur Abbildung der strömungsmechanischen Vorgänge von inkompressiblen Fluiden wie Metallschmelzen. Die Erstarrung und Gefügebildung wird mit Wärme- und Stofftransport berechnet; Abkühlung durch Strahlung mit Wärmebilanz und Strahlungsleistung; Gefügeentstehung, Restspannungen und Schrumpfung bei der Abkühlung mit Spannung, Dehnung und Verschiebung. Modelle für verschiedene Werk- und Formstoffe und deren Wärmeübergang, Dichte, Fließverhalten, Wärmeleitfähigkeit und thermische Ausdehnung sind im Softwarepaket implementiert. Parameter wie Anfangstemperatur, Fließrichtung der Schmelze, Druckkurve bei Druckunterstützung oder Schwerkraft, Gießdauer, Gießtemperatur und Formtemperatur werden angegeben. Formfüllung, Erstarrung und Abkühlverhalten werden berechnet. Magmasoft® visualisiert die verschieden ausgeprägten Wärmezentren, welche die größte Wahrscheinlichkeit der Lunkerbildung bieten [MAGMASOFT 05]. Bei der Auswertung des Füllvorgangs (Abbildung 41) ist hier eine turbulenzarme Formfüllung zu beobachten.

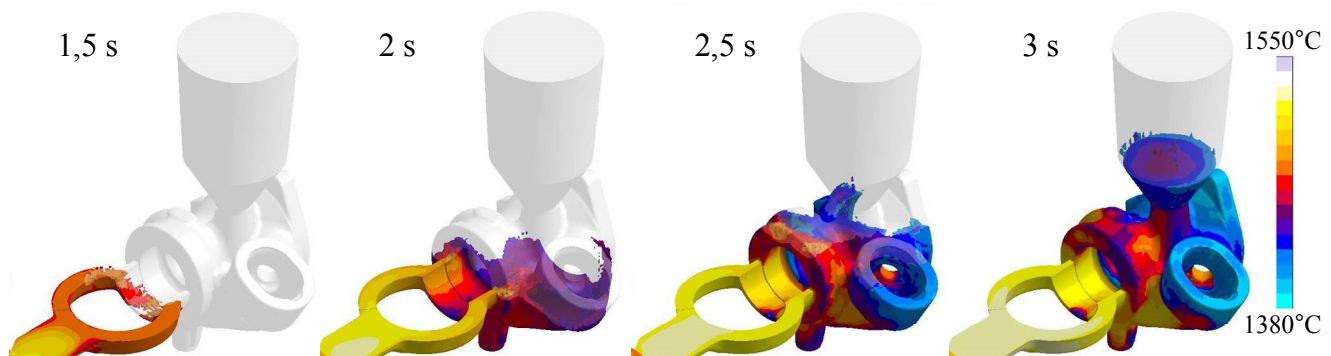
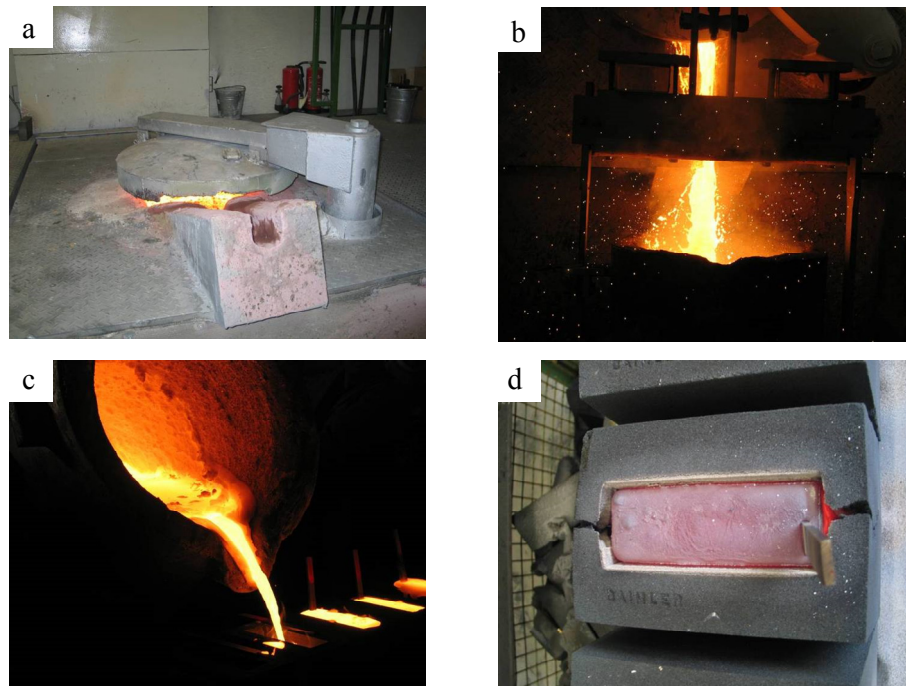


Abbildung 41: Darstellung der Formfüllung mit Magmasoft®

Probleme wie Poren und Lunker entstehen, wenn die Speisung unterbrochen ist. Das heißt, es sind noch flüssige Bereiche vorhanden, während die umgebenden Bereiche bereits erstarrt sind. Es ist nötig, die Ergebnisse der Simulation mit dem Realbauteil abzugleichen. Durch die Software können im Bauteil gefährdete Stellen aufgezeigt werden. Neben Schwindung können auch Fehler durch falsche Entlüftung der Kerngase zu Poren- und Lunkerbildung führen, was in Kapitel 5.4.1 näher beschrieben wird.

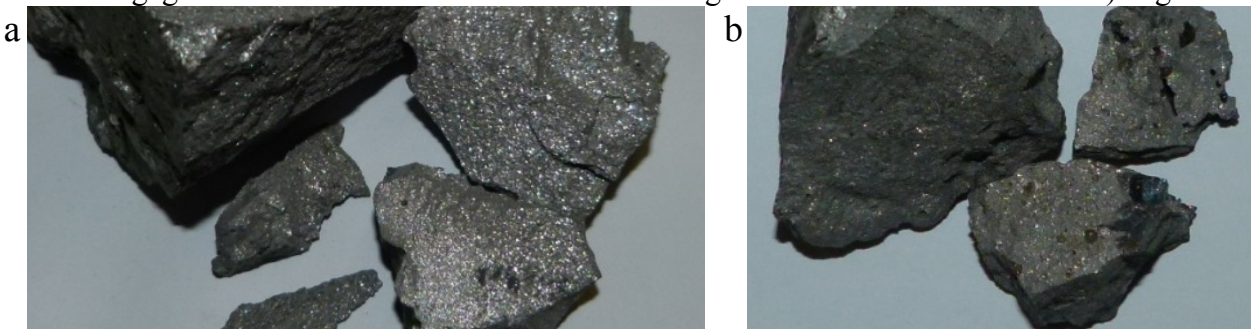
Vergleichbar zu Wolfensberger kommt bei Daimler ebenfalls ein Elektroofen (Abbildung 42 a) mit max. 900 kg Schmelzkapazität zum Einsatz.





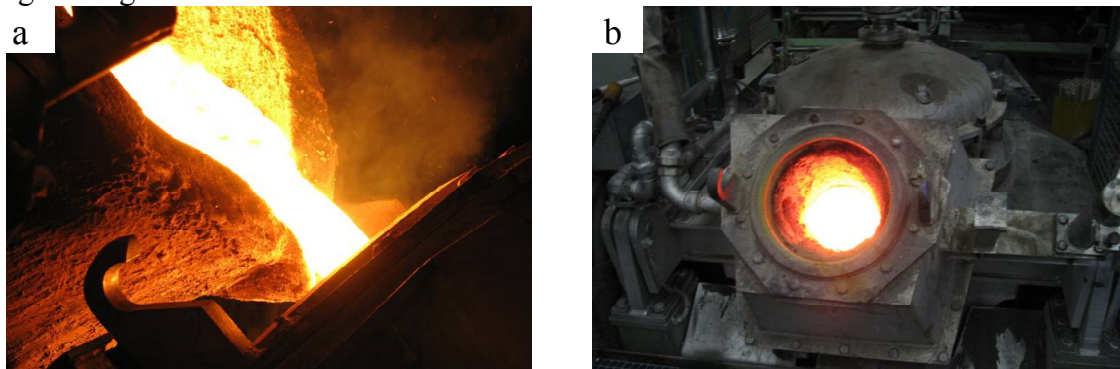
**Abbildung 42: a) Schmelzen im Elektroofen, b) Umfüllen in Tiegel, c) Abguss Y-Probe, d) erstarrte Y-Probe**

Für D11 wird der Mittelfrequenz-Ofen in folgenden Schritten befüllt und gefahren: Zugabe von Kreislaufmaterial, 80% Kohle, Silizium, Niob, Nickel; Ofen auf 1430°C heizen; Zugabe Chrom, dabei Cr unter die Schmelze drücken, um eine Stickstoffaufnahme aus der Luft zu verhindern; bei 1540°C Analyse fertig einstellen; Ofen auf 1630°C überhitzen und anschließend abstechen. Bei stickstoffhaltigen Legierungen wird Chrom-Stickstoff (Abbildung 43 a) anstelle reinen Chroms stückweise zugegeben und dabei nicht unter die Schmelze gedrückt. Ferrowolfram ist in b) abgebildet.



**Abbildung 43: a) Chromstickstoff, b) Ferrowolfram**

Beim Schmelzen mittels Elektroofen ist besonders auf die Reinheit der Einsatzstoffe zu achten, da hier Reinigungsprozesse nicht möglich sind. Besonders oxidiertes und mit Ölen verunreinigtes Material ist zu vermeiden. Mit der hier verfügbaren Einrichtung ist es möglich, Bauteile mittels einer ND-Anlage abzugießen. Wie in Kapitel 3.1.3 beschrieben, bringt dies Vorteile bezüglich der Gussqualität mit sich. Abbildung 44 zeigt das Befüllen des ND-Ofens.



**Abbildung 44: a) Umfüllen in ND-Ofen, b) ND-Anlage**

In Abbildung 45 ist der Abgussvorgang über die Gießdüse (a), das Greifersystem mit Gießpaket (b) und das dazugehörige Kühlhaus mit Transportsystem (c) zu erkennen. Das Füllen der Formen bei ca. 1515°C erfolgt vollautomatisch.



**Abbildung 45: Abguss mit ND-Anlage**

Mit der ND-Anlage konnten aus 3 Gießversuchen im Versuchsstadium mit je ca. 7 Tonnen ca. 1400 Bauteile für verschiedene Motor-Konfigurationen hergestellt werden. Daneben wurden 16 Legierungsvarianten mittels Schwerkraftverfahren vergossen, wobei in diesem Fall die Gießtemperatur auf min. 1560°C angehoben werden muss.

Der Vorteil der Versuchsanlage am IfG ist das geringe Schmelzvolumen und die damit verbundene Flexibilität. Je nach Formgröße, wird ein Tiegel (Abbildung 46 b) oder ein Gießlöffel verwendet (c).



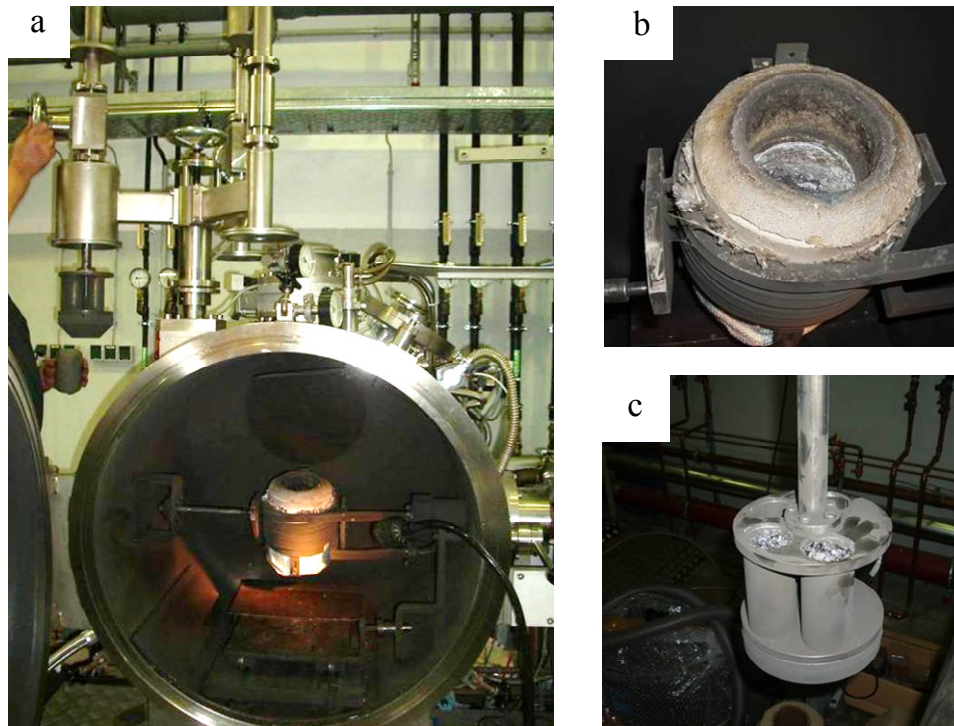
**Abbildung 46: Abguss IfG Duisburg**

Als Einsatz wird reines Eisen, Schrott, etwas Nickel, etwa 50% Ferrochrom in den kalten Tiegel gegeben. Wenn dies flüssig ist, wird mit Ferrochromstickstoff zu 100% aufgelegt, und der Rest Ferrochrom, Nickel, Ferroniob und Wolfram zugegeben. Ferrosilizium kann jederzeit gesetzt werden, Wolfram könnte auch bereits mit in den kalten Satz gegeben werden. Für Stickstoff hat sich die Reihenfolge Armco-Eisen bzw. Schrott, 50% Ferrochrom, dann 100% Ferrochromstickstoff und 50% Ferrochrom bewährt. Die Gießtemperatur liegt bei ca. 1560°C. Außerdem ist zu beachten, dass Silizium bei zu hoher Ofentemperatur schnell abbrennt und Nickel, Wolfram und Niob eher stabil sind. Chrom hat die Tendenz leicht zu verschlacken. Es sollte somit im kalten Satz immer etwas mehr gesetzt werden. Mangan brennt erst bei höheren Gehalten ab. Zusätzlich zu Probegeometrien wurden zahlreiche verschiedene einzelne Prototypen abgegossen.

Der Tiegel des Elektroofens am MPI hat ein Volumen von maximal 10 kg. Die Einsatzstoffe werden unter Vakuum geschmolzen und vergossen. Mit diesem Versuchsofen ist es möglich, quaderförmige Probekörper mittels einer Kupferkokille herzustellen. Die Gefahr der Schlackebildung an der Oberfläche ist durch den Luftausschluss sehr gering. Dafür wird durch das notwendige Vakuum die

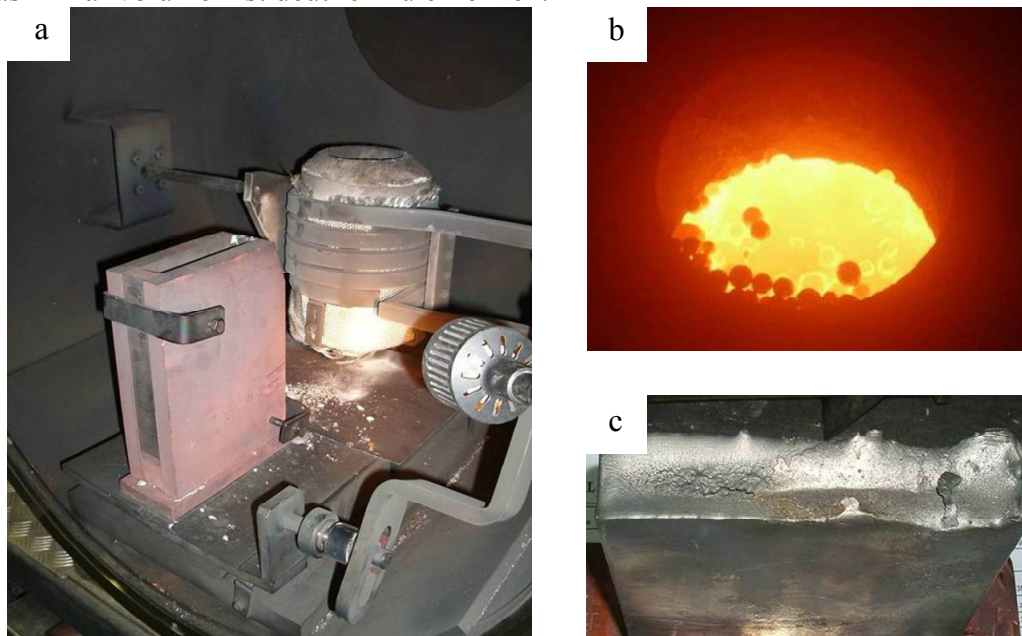


Gießtechnik komplizierter. Außerdem ist das Einstellen der genauen Legierungszusammensetzung aufgrund der geringen Gesamtmasse schwieriger. Bereits kleine Ungenauigkeiten können sich später negativ auf das Gesamtergebn auswirken. In Abbildung 47 werden die Legierungen in den Tiegel (b) des Vakuumofens (a) von außen mittels kleiner automatisch zu öffnender Behälter (c) zugegeben und erschmolzen.



**Abbildung 47: Vakuumofen am MPI Düsseldorf**

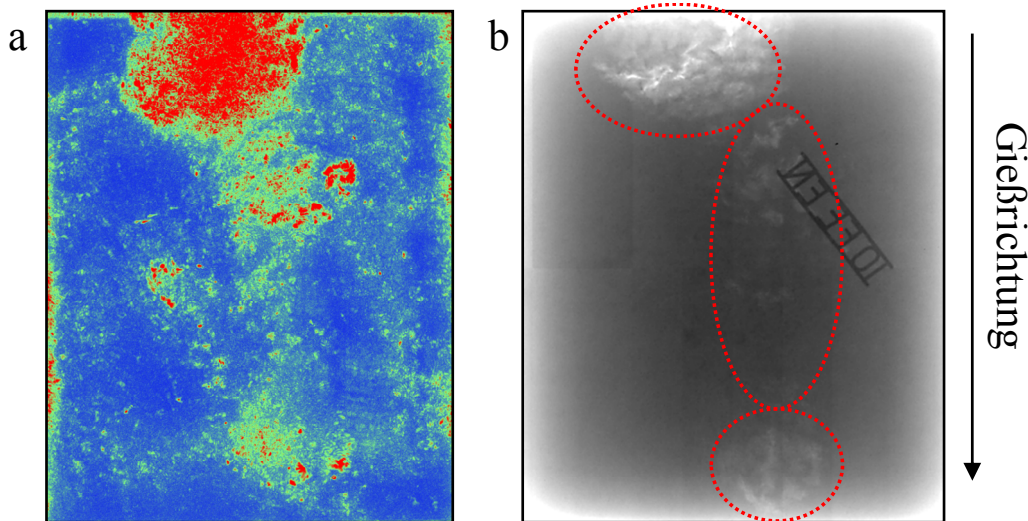
Abbildung 48 zeigt die Platzierung der Kupferkokille im Ofen (a), das Schmelzen des kugelförmigen Reinnickels (b) und das fertig gestellte Gussstück (c). Hier ist die Anbringung eines Speisers nicht möglich. Das Einfallvolumen ist deutlich zu erkennen.



**Abbildung 48: Herstellung des Gussstücks mittels Vakuumofen**

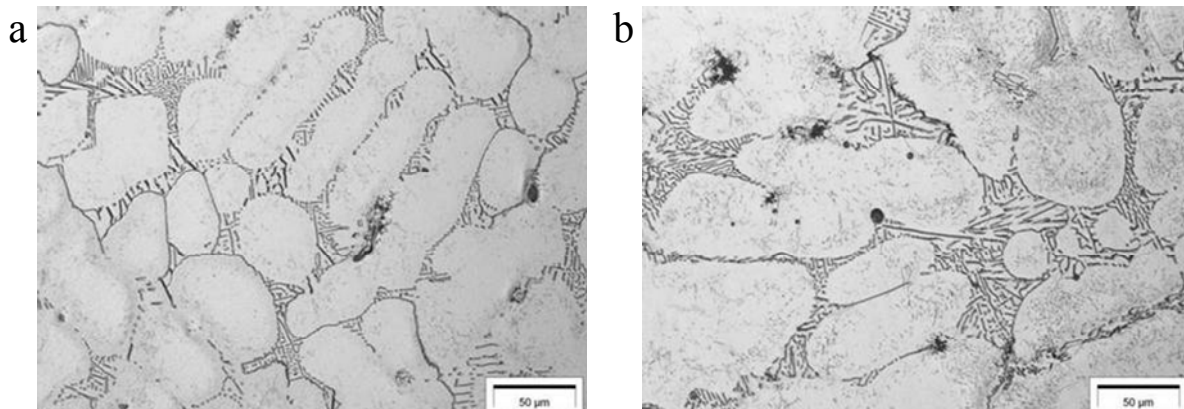
Sowohl folgendes Echo- (Abbildung 49 a) als auch Röntgen-Durchstrahlungsbild (b) zeigen den Einfluss der Gießrichtung auf das Erstarrungsverhalten und somit auch auf die Lunkerbildung. Besonders im mittleren Teil des Gussstücks ist das Lunkerverhalten bei diesem Kokillengießverfahren besonders stark ausgeprägt. Somit sollte eine Probenentnahme aus diesem Bereich vermieden werden.

Bei der Auswertung der mechanischen Eigenschaften muss damit gerechnet werden, dass aufgrund der hohen Fehlstellendichte eine größere Streuung der Ergebnisse auftreten kann. Eine rote Färbung des Ultraschall-Echobilds zeigt analog zu den hellen Bereichen im Röntgen-Durchstrahlungsbild die Fehlstellen im Gussstück.



**Abbildung 49: a) Ultraschall-Echobild, b) Röntgen-Durchstrahlungsbild**

Aufgrund unterschiedlicher Abkühlbedingungen ergeben sich unterschiedliche Gefügeausbildungen im Sand- und Kokillenguss. Struktur, Art und Form der Ausscheidungen bzw. des interdendritischen Bereichs sind vergleichbar. Die Größe der einzelnen Dendriten ist aufgrund der unterschiedlichen Abkühlraten und auch durch eine gerichtete Erstarrung anders, die in der Lage im Gussstück begründet ist. Da die Kupferkokille der Schmelze sehr schnell Wärme entzieht, ist mit einem feineren Gefüge und dadurch mit anderen mechanischen Eigenschaften zu rechnen. Beim unter Vakuum vergossenen Werkstoff D15, bei dem die Zusammensetzung D11 entspricht, erkennt man tendenziell beim Abguss in eine Kokille in Abbildung 50 a) ein um den Faktor zwei feineres Gefüge als im Sandgussverfahren (b), was sich auf die Werkstoffkennwerte auswirkt.



**Abbildung 50: a) Kokillenguss (D15), b) Sandguss (D11)**

Die in dieser Arbeit vorgestellten Ergebnisse werden mit Proben ermittelt, welche aus Y-Blöcken (Abbildung 51 a) entnommen werden: Zugproben M8 bzw. M10 (b), Kriechproben (c), Scheibenproben (d), Würfelproben (e) und Proben zur Messung des E-Moduls (Plättchen mit Länge 50, Breite 10 und Dicke 1 mm), der thermischen Ausdehnung (Plättchen mit Länge und Breite 12 und einer Dicke von 2 mm), und für die Thermogravimetrie (Zylinder mit einem Durchmesser von 5 und einer Länge von 25 mm).



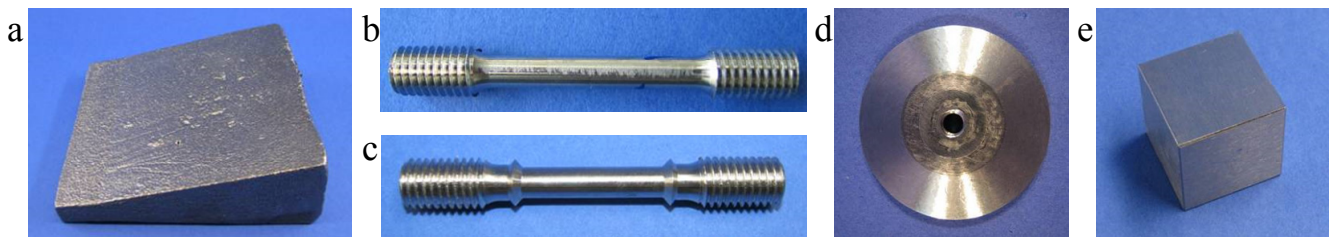


Abbildung 51: Probenformen

Unterschiedliche Gießfähigkeiten der Legierungen können mittels einer Gießspirale (Abbildung 52) bestimmt werden. Diese Erkenntnis ist wichtig hinsichtlich fehlerfreier Füllung der Gießformen, der Einstellung der Gießtemperatur und der Anschnitt-, bzw. Speisungstechnik zur Darstellung der Prototypen.



Abbildung 52: D1, D2 Gießspirale

Als Alternative zu Zugproben aus Y-Blöcken können diese anhand von vorgegossenen Rundproben (Abbildung 53) dargestellt werden. Dies vereinfacht die Bearbeitung. Jedoch ist aufgrund des unterschiedlichen Abkühl- und Erstarrungsverhaltens eine Vergleichbarkeit der mechanischen Eigenschaften zu Rundproben aus Y-Blöcken nicht gegeben.

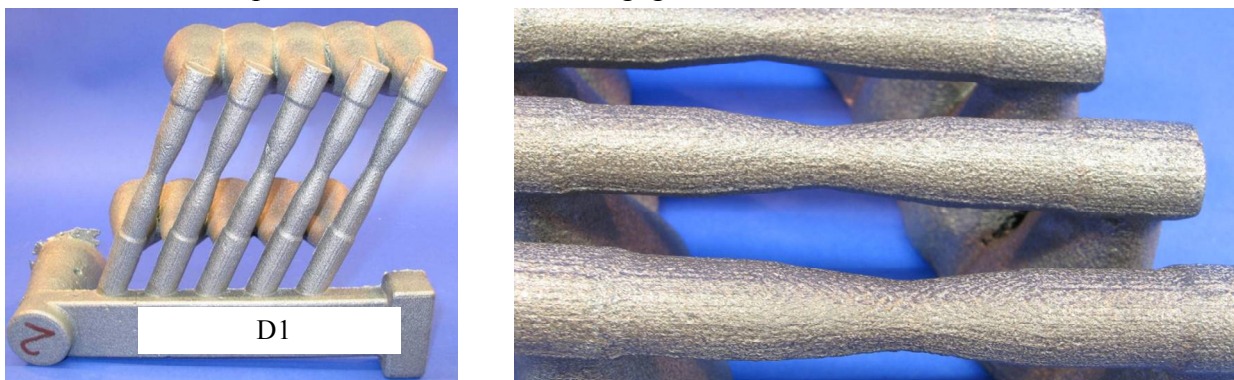


Abbildung 53: D1 vorgegossene Zugproben

Die Legierungsberechnung erfolgt für alle Gießverfahren mittels einer einfachen Tabellenkalkulation. Ein möglicher Abbrand kann in der Berechnung durch Korrekturfaktoren berücksichtigt werden.

## 4.2 Werkstoffcharakterisierung

Dieses Kapitel beschreibt die Methoden der Werkstoffcharakterisierung mittels verschiedenen Proben der abgegossenen Legierungen, die in dieser Arbeit verwendet werden. Es wird die Bestimmung der Phasen, die Ermittlung der mechanischen bzw. physikalischen Eigenschaften und die Bewertung des Oxidationsverhaltens erläutert. Bei den erwähnten Versuchen und technischen Geräten werden nur die grundlegenden Methoden und Prinzipien beschrieben. Für weitergehende Informationen wird im

entsprechenden Teil auf die Fachliteratur verwiesen. In dieser Zusammenfassung wird jeweils die Messmethode und ein Beispiel beschrieben, die aus eigenen Experimenten stammen und in Kapitel 5 wieder aufgegriffen und weiter erläutert werden.

## 4.2.1 Gefüge und Phasen

Vereinfacht bestehen metallische Werkstoffe aus Kristalliten, die auch Körner genannt werden. Sie weisen einen lückenlosen Aufbau auf und haben einen Durchmesser von wenigen Nanometern bis hin zu Zentimetern [Schumann 07]. Bei der Aneinanderreihung von strukturell gleichen Ordnungsbereichen mit dazwischen befindlichen Grenzflächen entstehen Korngrenzen. Bei strukturell unterschiedlichen Bereichen spricht man von Phasengrenzen. Die Kristallite können einen dendritischen Aufbau besitzen. Um ein Material mit den gewünschten Eigenschaften zu entwickeln, ist es nötig, dessen Struktur zu kennen und deren Zusammensetzung und Form zu bestimmen [Ohtani 07].

Um Kenntnisse zu Gefüge und Phasen zu erlangen, werden die Legierungen simuliert, licht- und elektronenmikroskopisch untersucht, in der Rückstandsanalyse aufgelöst und ein eventuell vorhandener Ferritanteil mittels seines Ferromagnetismus ermittelt.

### 4.2.1.1 Simulation mit Pandat®

Phasensimulationsprogramme wie Pandat® sind Hilfsmittel zur Vorhersage der Stabilität, Zusammensetzung und kristallographischen Struktur von Phasen in Werkstoffen. Besonders Mehrkomponentensysteme sind sehr komplex, die im Normalfall mit speziellen Programmen errechnet werden. Pandat® von CompuTherm ermöglicht eine Vorhersage nach der CALPHAD-Methode [Mola 05]. Die Software verknüpft experimentelle Daten mittels thermodynamischer Modelle mit dem Verhalten der einzelnen Komponenten [Chen 03, Ohtani 07]. Bei Eisenbasis-Werkstoffen sollten folgende Grenzen eingehalten werden [Computherm 09]:

**Tabelle 16: Elementgrenzen in Pandat® [Computherm 09]**

	<b>Fe</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>Co, Mo</b>	<b>C, Cu, Mn, Nb, Si, Ti</b>	<b>Al, Mg, N</b>	<b>P, S</b>
Gew.-%	50-100	0-27	0-31	0-7	0-4	0-0,5	0-0,05

Innerhalb dieser Grenzen sind experimentelle Daten hinterlegt, bei Abweichungen werden Werte mittels Software extrapoliert. Mögliche Berechnungen sind Punkt-, Linien- und Flächensimulationen, als auch die Simulation von Erstarrungskurven. Jedoch können bei dieser Vorgehensweise metastabile Gleichgewichtszustände und neue Phasen in speziellen Legierungen nicht dargestellt werden [Ohtani 07]. Mittels der Punktanalyse in Tabelle 17 lässt sich erkennen, wo und in welcher Form die einzelnen Elemente zu finden sind.

**Tabelle 17: Punktanalyse D11, berechnet mit Pandat®**

<b>D11</b>	<b>stabile Phasen</b>	<b>Anteil</b>	<b>Fe</b>	<b>Ni</b>	<b>Cr</b>	<b>Nb</b>	<b>C</b>	<b>N</b>	<b>Si</b>	<b>W</b>
T=1050°C	FCC A1 (Austenit)	ca. 96%	<b>42,3</b>	<b>36,9</b>	<b>18,2</b>	-	-	-	2,3	-
	FCC A2 (NbC,NbN)	ca. 2,3%	-	-	2,3	<b>86,4</b>	<b>9,1</b>	2	-	-
	M <sub>7</sub> C <sub>3</sub> (CrC)	ca. 1,6%	8,3	0,5	<b>81,7</b>	-	<b>8,9</b>	-	-	0,5

Der Werkstoff D11 besteht bei 1050°C zu ca. 96% aus Austenit, in dem sich nach der Simulation kein Kohlenstoff befindet. Weitere Untersuchungen zeigen, dass im realen Werkstoff dieser jedoch auch im austenitischen Gussgefüge gelöst ist. Wolfram ist hier in karbidischer Form in den Ausscheidungen



gebunden. Insgesamt ist mit ca. 4% Karbiden zu rechnen, die hauptsächlich aus Niob- und Chromkarbiden bestehen. Da die graphische Bestimmung des Karbidanteils an Schliffbildern eher ungenau ist, kann mit der Simulation ein besseres Ergebnis erzielt werden.

Das Liniendiagramm (Abbildung 54 a) und das Flächendiagramm (b) werden verwendet, um den Bereich der einzelnen Phasen bezüglich Temperatur und Stabilität zu untersuchen. Auch wird die Schmelztemperatur angezeigt. Im Liniendiagramm besteht eine feste Zusammensetzung des Werkstoffs, beim Flächendiagramm wird Nickel variiert. Außerdem kann der Einfluss des Gewichtsanteils dieses Elementes durch Erhöhung bzw. Erniedrigung der Entstehungstemperatur angedeutet werden. Hier ist für die ausgewählte Legierung der Bereich des Austenits eingegrenzt. Bei Temperaturen unter ca. 700°C entsteht die Sigma-Phase. Im Bereich von ca. 25 Gew.-% Nickel ist die Wahrscheinlichkeit der Bildung dieser Phase am geringsten, da hier die Entstehungstemperatur am niedrigsten ist.

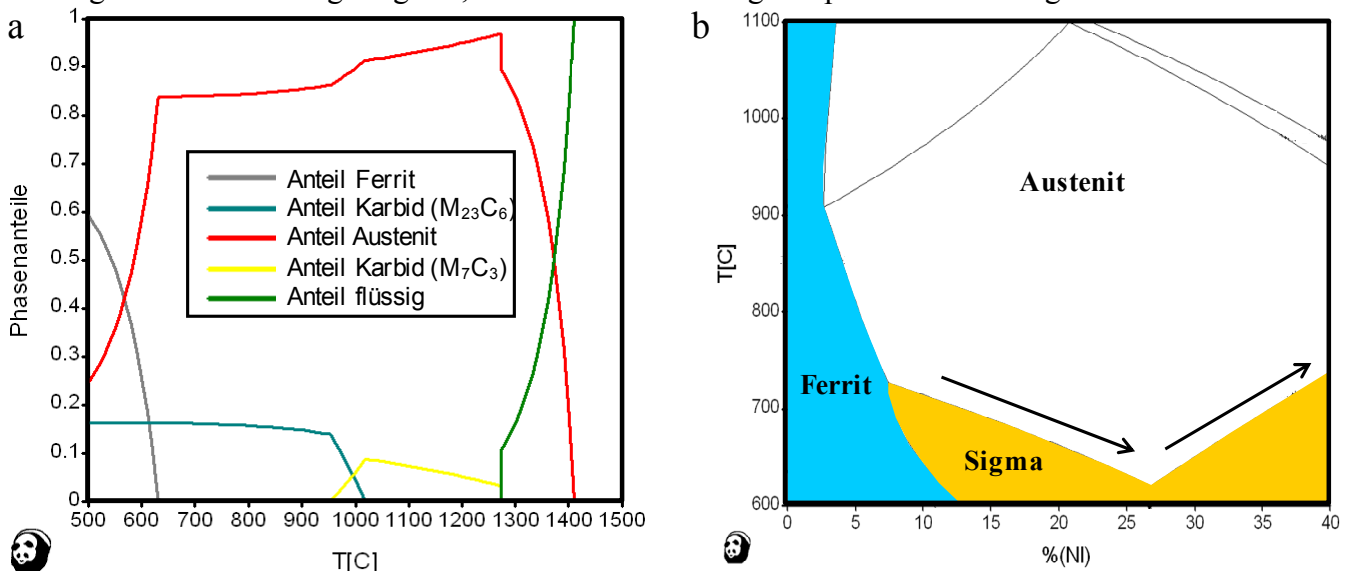


Abbildung 54: a) Liniendiagramm, b) Flächendiagramm 0-40 Gew.-% Ni, berechnet mit Pandat®

Die Erstarrungssimulation kann nach Scheil und Lever durchgeführt werden (Abbildung 55). Mittels der Lever Regel wird der Anteil der festen Phase zwischen Solidus und Liquidus berechnet. Dies simuliert eine Gleichgewichtserstarrung ohne Diffusion. Bei Scheil liegt ein thermodynamisches Gleichgewicht vor, der Abkühlvorgang ist langsam und die Konzentration der festen und flüssigen Phase stimmt mit dem Zustandsdiagramm überein. Es vollzieht sich eine gerichtete Erstarrung und es besteht ein lokales Gleichgewicht zwischen Festkörper und Schmelze, ohne Diffusion im Festkörper. In der Schmelze wird eine vollständige Durchmischung vorausgesetzt. Bei beiden Modellen bestehen homologe Lösungen mit unendlich hoher Diffusion in der Schmelze [Xiong 01].

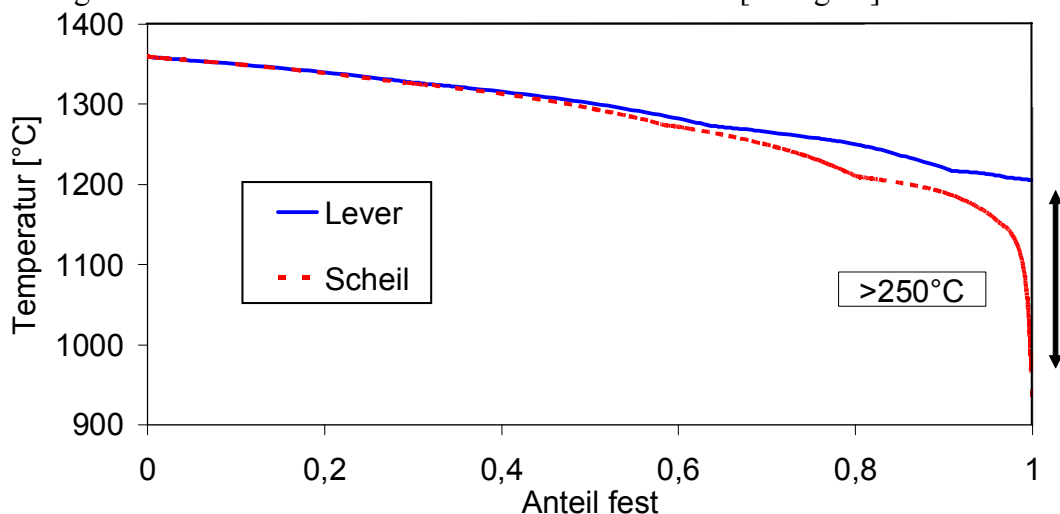


Abbildung 55: Erstarrung nach Scheil und Lever, berechnet mit Pandat®

Mit Hilfe der Scheil und Lever-Erstarrung kann der Bereich der Grenzfläche fest-flüssig dargestellt werden. Dieser Bereich breiiger Konsistenz stellt die unmittelbar an der Erstarrungsfront koexistente schmelzflüssige und feste Phase dar. Hier tritt Segregation auf und die Bildung von Mikroporen während der Erstarrung ist wahrscheinlich. Nach Lever liegt der Liquidus bei ca. 1330°C, der Solidus bei ca. 1210°C. Die wahre Erstarrungstemperatur liegt in einem Intervall von ca. 250°C zwischen den beiden Kurven aus Abbildung 55. Der Fehler bzw. der Unterschied zu realen Gussbedingungen der hier gezeigten Simulationen liegt in der Annahme, dass während der Berechnungen Gleichgewichtsfälle vorherrschen. Diese Voraussetzung besteht bei realen Abkühlbedingungen jedoch nicht.

#### 4.2.1.2 Licht- und Elektronenmikroskopie, Probenvorbereitung

Zum Vergleich mit der theoretischen Phasensimulation werden die verschiedenen Legierungen licht- und elektronenmikroskopisch untersucht. Folgende Verfahren werden in dieser Arbeit verwendet: Licht-, Rasterelektronen-, Transmissionselektronenmikroskopie, energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX), wellenlängendispersive Messungen (WDX) und Röntgendiffraktometrie (XRD) bzw. Röntgenfeinstrukturanalyse.

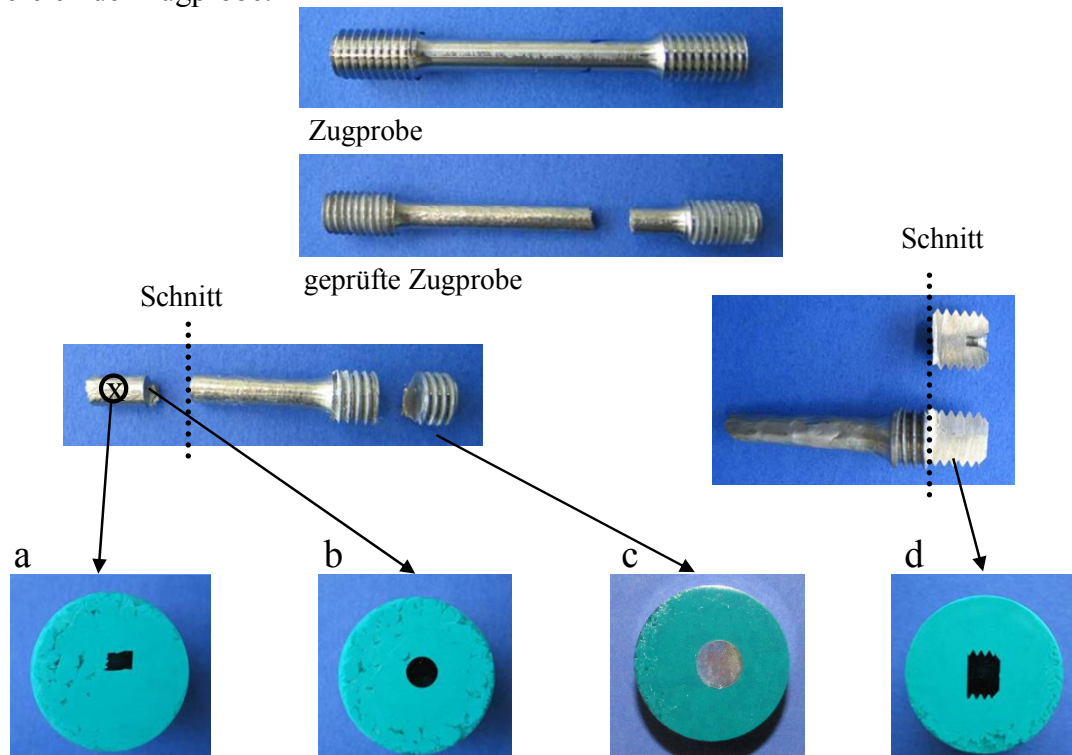
Allgemein können diese Untersuchungsmethoden mit dem Begriff Metallographie zusammengefasst werden. Darunter versteht man die Lehre vom Gefügebau der Metalle und dessen Analyse. Der Begriff Gefüge umschreibt die Details, die mit bloßem Auge oder dem Mikroskop erkennbar sind. Diese sind Korngrenzen und Kornflächen, Primär- und Sekundärphasen, Eutektika, Schlackeeinschlüsse, Schlackezeilen, Guss- und Schweißporen und Schwindungslunker [Gobrecht 09]. Der Zusammenhang zwischen thermodynamischem Zustand, den technologischen Prozessen der Herstellung, der thermischen Vorgeschichte, dem Gefügebau und den Eigenschaften der Legierungen kann untersucht werden. Das Makrogefüge ist mit bloßem Auge oder bei schwacher Vergrößerung erkennbar. Hingegen werden im Mikrogefüge alle Gefügebestandteile betrachtet, die mittels optischen Mikroskops vergrößert werden müssen. Bei einem Korngefüge spricht man von einem homogenen, bei Phasengrenzen von einem heterogenen Gefüge. Durch Karbide an den Korngrenzen erhält man ein Zellgefüge.

Die Metallographie lässt sich allgemein in lichtoptische Verfahren bis zu einer Vergrößerung von ca. 1000:1, rasterelektronenoptische Verfahren bis ca. 50000:1 und durchstrahlungselektronenoptische Verfahren bis ca. 500000:1 einteilen [Hornbogen 06]. Die minimale Auflösung ist abhängig von der Wellenlänge des verwendeten Lichts und der numerischen Apertur des verwendeten Objektivs. Bei grünem Licht ergibt sich mit einer Wellenlänge von 550 nm an Luft eine maximale Apertur von 0,95 [Chemikerausschuss 09]. Somit kann bei einer 10-1000 facher Vergrößerung mit dem Lichtmikroskop eine theoretische Auflösung von 200 nm erreicht werden. Durch optische Fehler und fertigungstechnische Ungenauigkeiten der Linsen führt dies bei einer Vergrößerung von 1000:1 zu einer realen Auflösung von ca. 1 µm.

Neben dem Stereomikroskop, das besonders zur Betrachtung von dreidimensionalen Fehlern geeignet ist, wird hauptsächlich das Auflichtmikroskop in Verbindung mit einer Digitalkamera und der Analysesoftware analySIS® bzw. dhs-Bilddatenbank® verwendet. Bei der Hellfeldbeleuchtung wird das reflektierte Licht zur Abbildung genutzt. Der Kontrast bildet sich durch die Brechzahldifferenzen der Details, durch unterschiedliche Absorptionskoeffizienten und durch Intensitätsminderungen durch Reflexionen bzw. Streuung. Bei der Dunkelfeldbeleuchtung wird ausschließlich gebeugtes Licht zur Abbildung benutzt. Die Kontraste sind komplementär zur Hellfeldbeleuchtung und vorteilhaft für die Betrachtung von mechanischen Oberflächenstörungen wie Kratzer, Risse, Einschlüsse, Poren, Lunker und Ausbrüche.

Die verschiedenen Untersuchungsmethoden bedingen eine unterschiedliche Probenpräparation. Im Falle der Lichtmikroskopie gliedert sich diese in Probenvorbereitung und Ätztechniken, wobei die zu untersuchende Stelle aus einem Gussstück herausgetrennt und gegebenenfalls durch Schleifen, Polieren und chemisches bzw. elektrochemisches Ätzen weiter vorbereitet werden. Gefügeveränderungen, wie

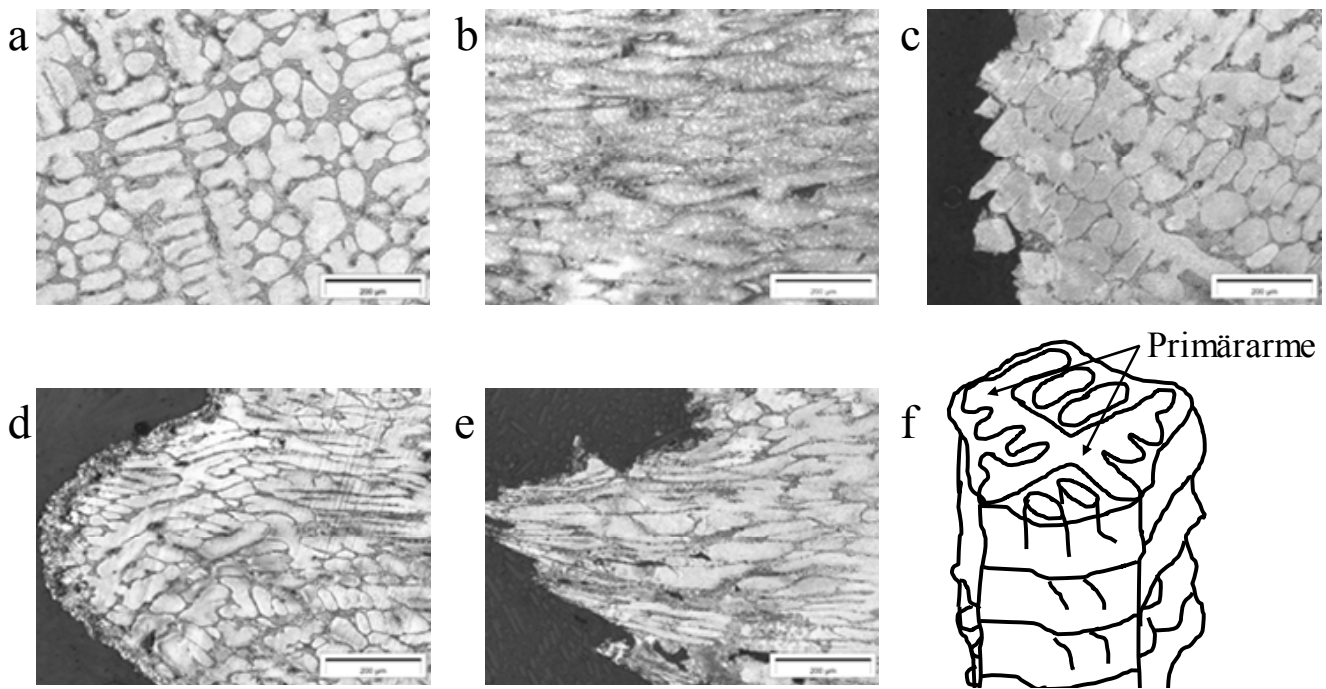
z.B. durch Einwirkung von Wärme, sind zu vermeiden. Abbildung 56 zeigt die möglichen Stellen für die Probenentnahme zur Gefügeuntersuchung von Zugproben. In a) ist der Zugbereich parallel zur Zugrichtung, in b) senkrecht dazu dargestellt. Das Gefüge im Gusszustand entspricht dem Gewindebereich der Zugprobe.



**Abbildung 56: Stellen der Probenentnahme**

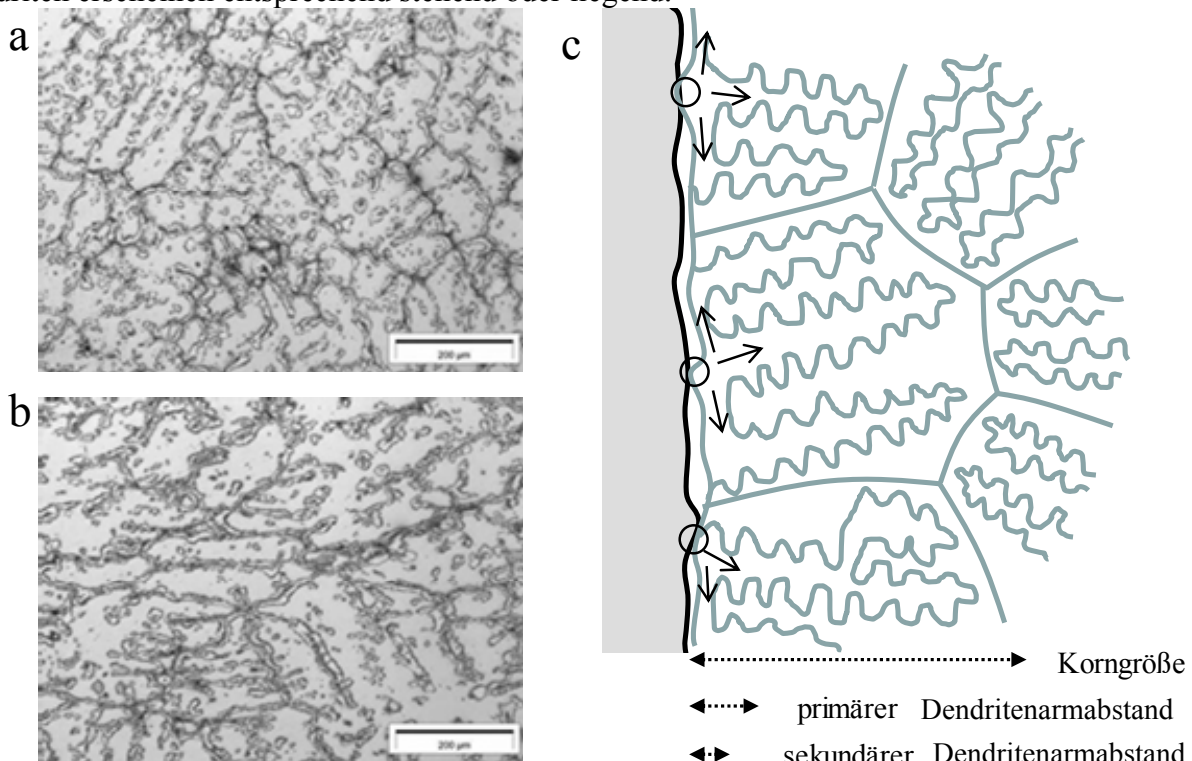
Die Probenentnahme geschieht durch Trennen. Um Schlitze unter dem Mikroskop betrachten zu können, müssen diese eingebettet werden. Dies verleiht ihnen Stabilität und eine plane Betrachtungs- bzw. Auflagefläche. Es kommen Warm- und Kalteinbettmittel zur Anwendung. Beim „Warmeinbetten“ wird die Probe mit Pulver und Granulat unter Druck und Wärme in 15 min mit Material umgeben, beim „Kaltinbetten“ muss die Probe in Flüssigkeit und Härter ca. 25 h bei Raumtemperatur aushärten. Proben, bei denen die Untersuchung der Oxidationsschichten im Vordergrund steht, werden kalt eingebettet, damit diese Schichten nicht durch Temperatur zerstört oder von der Probe durch Spannungen abgelöst werden. Stahlproben zur Gefügeuntersuchung werden warm eingebettet, da dieses Verfahren schneller ist und der geringe Wärmeeintrag keine Auswirkung auf das Gefüge hat. Durch Schleifen und Polieren wird die Deformationszone abgetragen und die Oberfläche eingeebnet. Beim Polieren wird mit bis zu 1  $\mu\text{m}$  kleinen Körnern auf den Polierscheiben gearbeitet. Zur Visualisierung des Gefüges kommen mehrere Techniken zum Einsatz. Korngrenzenätzen bedeutet, dass diese Grenzen auf der Schlitfoberfläche erkennbar werden. Hier haben diese ein höheres Lösungspotential als die Körner. Beim Kornflächenätzen werden die Kristallflächen aufgrund eines unterschiedlichen Reflexionsvermögens der Reaktionsschichten oder Rauheiten sichtbar gemacht [Hasse 99, Schumann 07]. Oft ist beim Ätzen auch eine Kombination beider Prinzipien zu sehen und sowohl die Korngrenzen als auch die Kornflächen werden angegriffen.

Neben der Wahl der passenden Ätzung ist es außerdem wichtig, sowohl den Ort der Probenentnahme als auch die Vorgeschichte der Probe wie Auslagerungszustand oder Einsatzbedingungen zu kennen, da sich je nach Zustand der Gefügebau, bzw. die Gefügebauausrichtung ändert. Abbildung 57 verdeutlicht die unterschiedlichen Entnahmestellen der Proben am Gefüge. Die Schliffbilder der Bruchbereiche der Zugproben sind typisch für die hier untersuchten duktilen Austenite. Besonders bei hohen Temperaturen ist eine ausgeprägte Streckung des Gefüges zu erkennen. Durch die höhere Beanspruchung der Stufenkriechversuche im Vergleich zum Zugversuch ist das Gefüge deutlich zerklüftet.



**Abbildung 57: D11 Adler Ätzung:** a) Gefüge Zugversuch 1050°C, b) Gefüge Zugbereich Zugversuch 1050°C, c) Bruchbereich Zugversuch Raumtemperatur, d) Bruchbereich Zugversuch 1050°C, e) Bruchbereich Stufenkriechversuch 1050°C; f) Dendritenwachstum 90% erstarrt nach [Campbell 03]

Der Aufbau ganzer Dendriten ist im Schliffbild oft schwer zu sehen, da sich die Sekundärarme seitlich ausbreiten und im Schliff geschnitten werden. Verschiedene Dendritenstämme sind deshalb teilweise nicht zu unterscheiden (Abbildung 57 f). Der Unterschied der Schlifforientierung in Abbildung 58 a) und b) lässt sich anhand des Mechanismus der Kornbildung in c) erklären. Die Dendriten der exogen rauwandigen Erstarrung starten bevorzugt an den erhabenen Bereichen der kalten Formwand und breiten sich bis zum Zusammenstoß mit anderen endogen breiartigen Erstarrungsfronten von innen aus. Je nach Schnittebene können diese Fronten tangential oder vertikal geschnitten werden und die Dendriten erscheinen entsprechend stehend oder liegend.



**Abbildung 58:** a) Duplex, unbeanspruchtes Gefüge, b) Duplex, durch Dehnung gestreckte Körner, c) dendritische Kornbildung nach [Campbell 03]

Zur Entwicklung des Gefüges werden die Ätzmittel aus Tabelle 18 verwendet.

**Tabelle 18: verwendete Ätzmittel [Petzow 06]**

Name	Zusammensetzung und Anwendung
Adler 2-8 s bei Raumtemperatur	25 ml dest. H <sub>2</sub> O 50 ml Salzsäure 32%ig 15 g Eisen(III)-chlorid 3 g Diammoniumtetrachlorocuprat(II)
Barker elektrolytisch, 15-40 V, Kathode aus V2A 20-60 s bei Raumtemperatur	200 ml dest. H <sub>2</sub> O 10 ml Borfluorwasserstoffsäure 35%ig
Beraha II 10 s bei Raumtemperatur	100 g Stammlösung Beraha II 200 ml dest. H <sub>2</sub> O 100 ml Salzsäure 32%ig 12 g Ammoniumhydrogendifluorid 1 g Kaliumdisulfit
Groesbeck 2 min bei 70°C	100 ml dest. H <sub>2</sub> O 4 g Natriumhydroxid 4 g Kaliumpermanganat
Lichtenegger und Bloch 1 min bei Raumtemperatur	100 ml dest. H <sub>2</sub> O 20 g Ammoniumhydrogendifluorid 0,5 g Kaliumdisulfit
V2A-Beize 10 s bei 60°C	200 ml dest. H <sub>2</sub> O 200 ml Salzsäure 32%ig 20 ml Salpetersäure 65%ig 0,6 ml Vogel'sche Sparbeize
Murakami 2 min bei 70°C	100 ml dest. H <sub>2</sub> O 10 g Kaliumhydroxid 10 g Kaliumferriizyanid

Die Adler-Ätzung macht das Grobkorn von Stählen sichtbar. Dies ist auch bei hochlegiertem Stahl möglich, wobei feine Einzelheiten besonders deutlich werden.

Bei der Barker-Methode ist eine leitende Verbindung zur Probe nötig. Bei diesem anodischen Ätzen werden Bestandteile der Schlißfläche mittels Strom aufgelöst.

Beraha II kann durch Ammoniumhydrogendifluorid Flusssäure freisetzen. Deshalb sind Kunststoffschalen zu verwenden. Diese Ätzlösung kommt bei austenitischen Chrom-Nickel Stählen zum Einsatz. Delta-Ferrit wird als erstes gefärbt (dunkelblau bis schwarz), anschließend Austenit (bläulich bis braun), Sigma-Phase und Chromkarbide bleiben weiß. Außerdem können Seigerungen, das heißt legierungsreichere Bereiche heller erscheinen.

Die Groesbeck-Lösung ätzt vor allem Sigma-Phase, Delta-Ferrit und Karbide in hochlegierten CrNi-Stählen. Die Sigma-Phase und die Karbide werden hier schneller als der Delta-Ferrit angegriffen, Austenit wird nicht angeätzt.

Bei der Ätzung Lichtenegger und Bloch wird durch Ammoniumhydrogendifluorid Flusssäure freigesetzt. Die Lösung kommt bei austenitischen CrNi-Stählen zum Einsatz. Austenit erscheint bräunlich, Delta-Ferrit wird nicht gefärbt.

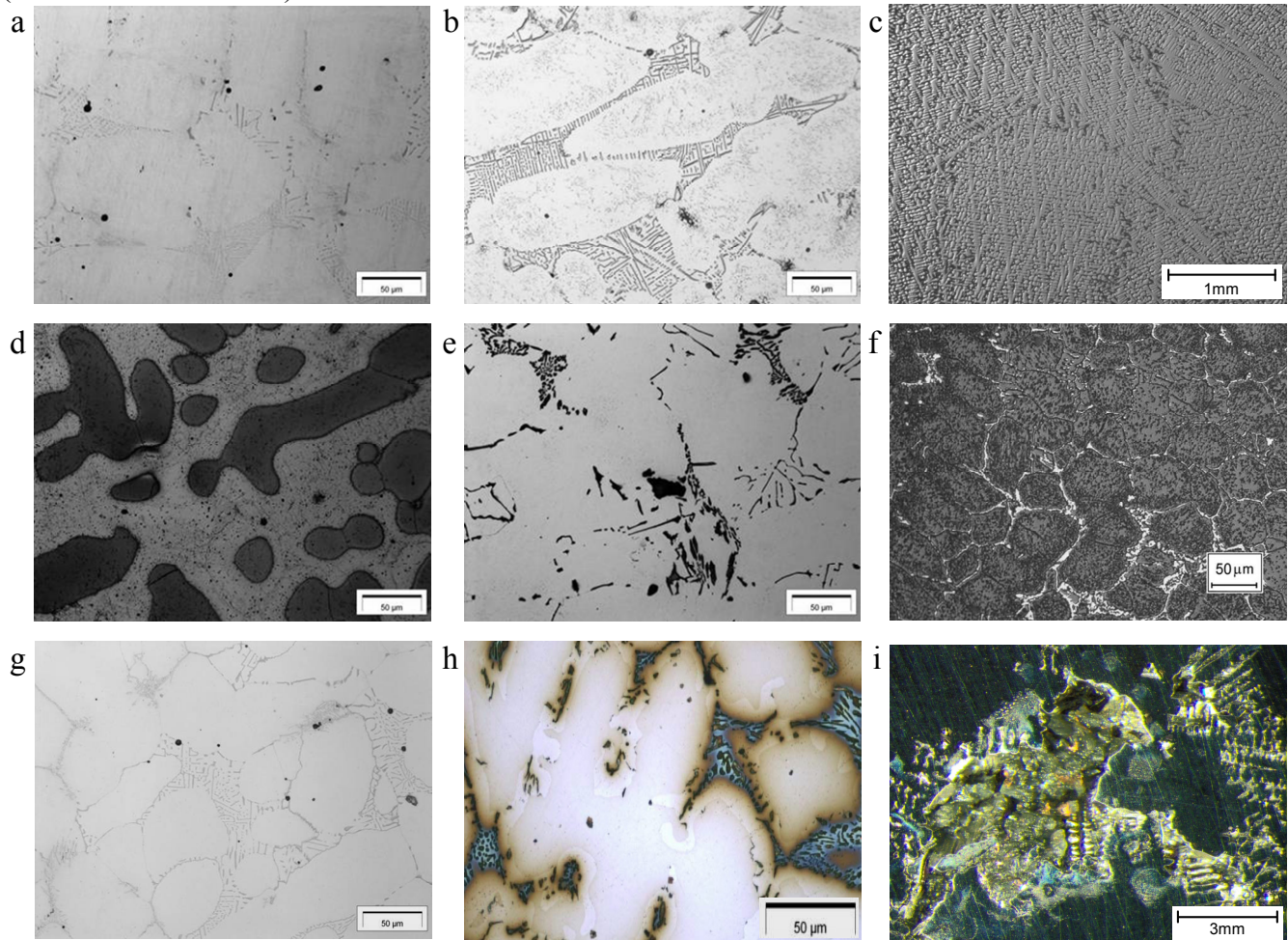
Die V2A-Beize ist eine der gebräuchlichsten Ätzlösungen für nichtrostende Stähle zur Visualisierung verschiedenster Gefüge und Phasen. Austenit, Delta-Ferrit und Karbidausscheidungen werden sichtbar.

Das Ätzmittel nach Murakami lässt besonders Karbide und die Sigma-Phase gut erkennen. Austenit wird nicht angegriffen und bleibt weiß. Ferrit wird angeätzt und erscheint grau, die Sigma-Phase bläulich [Petzow 06].



Weiterhin sind chemische und physikalische Methoden zur Kontrastbildung im Einsatz. Auch thermisches Ätzen und Anlassätzen, wobei unterschiedlich dicke farblose Oxidschichten durch variierende kristallographische Orientierung der Körner verschiedene Interferenzfarben bilden, sind in Anwendung.

Abbildung 59 zeigt die verschiedenen Ätzmittel und deren Wirkung am Gussgefüge von D11 (GX40NiCrSiNb38-19).

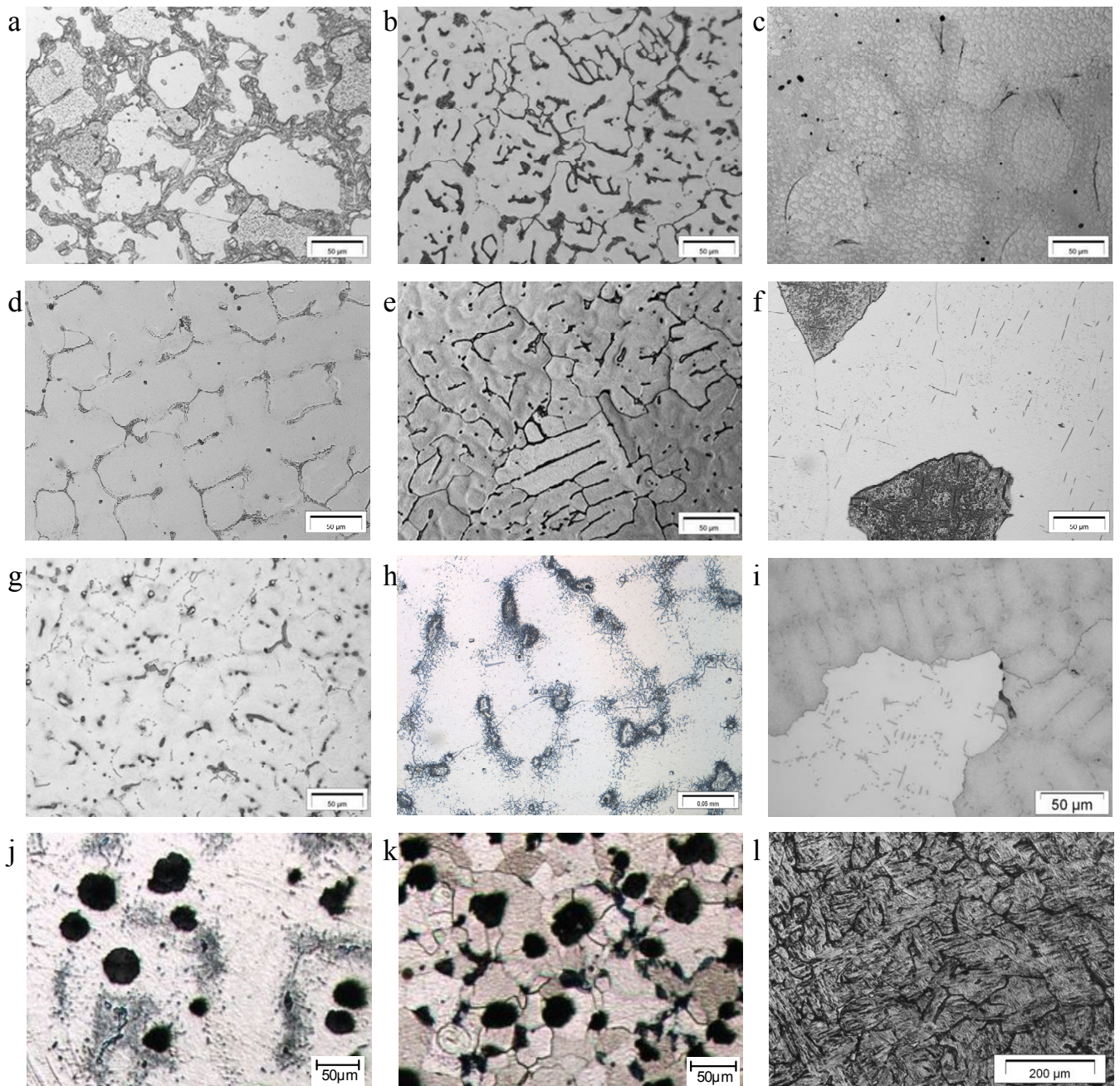


**Abbildung 59: D11 (GX40NiCrSiNb38-19) a) ungeätzt, b) Adler, c) Barker, d) Beraha II, e) Groesbeck, f) Lichtenegger und Bloch, g) V2A-Beize, h) Murakami, i) ungeätzt, Dendriten im Lunker (Stereomikroskop)**

Im ungeätzten Zustand werden unter dem Auflichtmikroskop in a) vor allem Poren gut sichtbar. Das beste Ätzmittel für diesen hochlegierten Stahlguss ist die Adler-Ätzung in b), bei der Dendriten, Ausscheidungen und das zwischendendritische Gefüge gut zu erkennen sind. Bei diesem Gefüge ist es aufgrund der Grobkörnigkeit eher schwierig Korngrenzen zu erkennen. Jedoch treten diese Grenzen in c) mit kleinerer Auflösung in Erscheinung. Eine weitere Möglichkeit, das Korngefüge in hochlegierten Stahlguss sichtbar zu machen, wird in Kapitel 5.3.2.2 näher beschrieben. In d) sind keine Gefügebestandteile zu erkennen. Hier können Seigerungen der Grund des unterschiedlichen Ätzangriffes sein. Die Abbildung in e) bringt keine besonderen Details in den Ausscheidungen hervor, da der Bereich zwischen den Dendriten ebenfalls aufgelöst wird. Delta-Ferrit ist in f) gut zu erkennen. Weniger stark ausgeprägte Strukturen zeigt g). Die Sigma-Phase in h) erscheint bläulich. Im ungeätzten Zustand in i) können unter dem Stereomikroskop Lunker und Poren detailreich bis in die Tiefe untersucht werden.

Im Vergleich zur Adler-Ätzung von D11 werden in Abbildung 60 weitere mit diesem Mittel geätzte Legierungen aufgeführt. Daran lässt sich die unterschiedliche Wirkung eines Ätzmittels auf verschiedene Werkstoffe erkennen. Vielfältigste Formen und Gefüge aus unterschiedlichen Phasen und Ausscheidungen sind zu erkennen.





**Abbildung 60: Beispiele für Adler Ätzung a) D1, b) D2, c) D3, d) D6, e) D12, f) D32, g) D35, h) D47, i) D70, j) D68, k) D69, l) D66**

Die Zusammensetzungen dieser sehr unterschiedlichen Legierungen (Ferrit, Austenit, Duplex, Gusseisen und Ni-Basis) sind in Tabelle 19 aufgeführt.

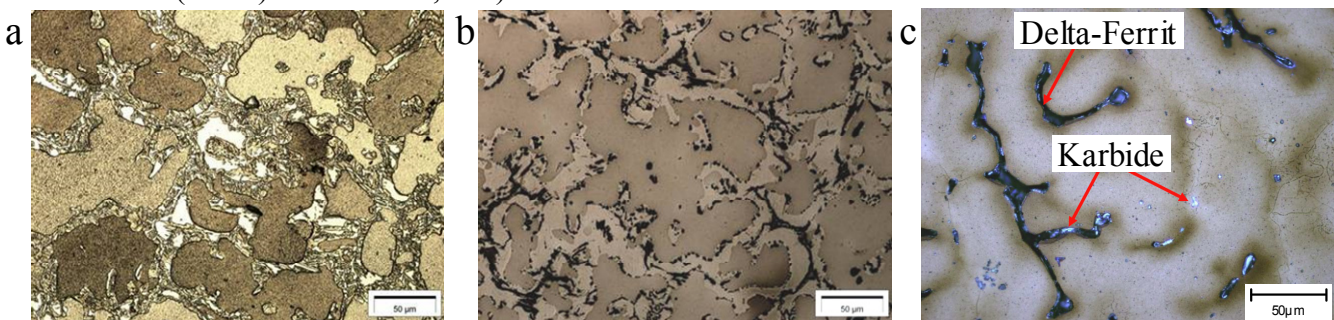


**Tabelle 19: untersuchte Legierungen, Elementzusammensetzung**

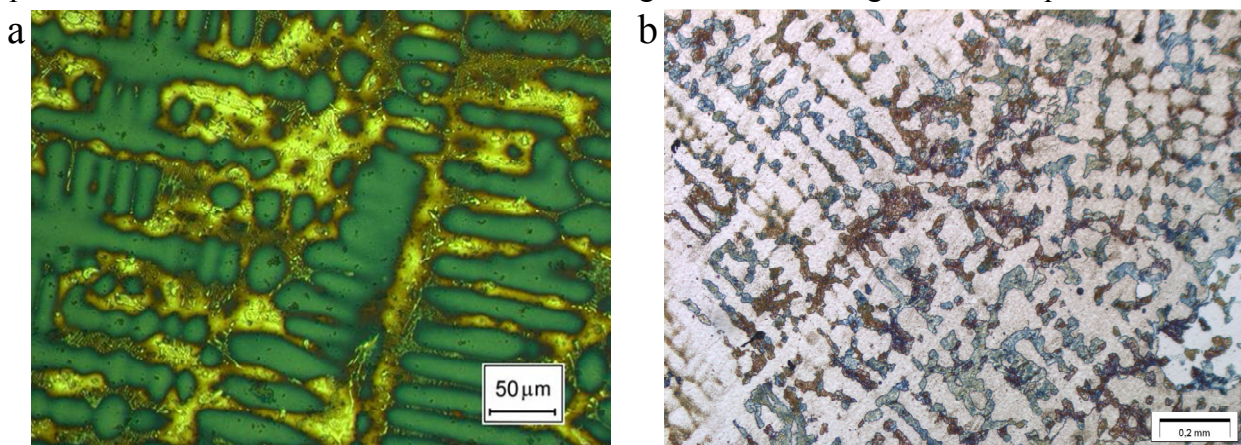
	DIN bzw. interne Bezeichnung, Abgussort	Zähl-Nr.	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
a	Nr. 1.4823 DAG	D1	3,41	25,9	0,48		1,87	0,16	470	0,12	0,09	-
b	Nr. 1.4826 WAG	D2	10,3	21,3	0,36	0,02	1,99	0,01	517	1,1	0,05	-
c	Nr. 1.4835 WAG	D3	11,6	20,8	0,07	0,02	1,52	0,01	1916	0,53	0,01	0,054 Ce
d	Nr. 1.4848 DAG	D6	22,9	25,2	0,42	0,04	1,96	0,65	464	0,08	0,01	0,42 Mo
e	1.4849 1c DAG	D12	13,5	17,4	0,34	0,02	2,3	1,59	352	0,07	0,01	
f	DM 6.2 MPI	D32	11,5	22	0,31	3,6	1,24	0,68	449	0,99	0,01	-
g	DM 6.1 1b DAG	D35	11,7	21,3	0,25	0,85	0,52	0,91	350	0,74	0,01	-
h	DM6.1 2a m10 IfG	D47	11,6	23,2	0,32	0,96	1,12	0,3	3164	0,15	-	-
i	Nr. 2.4671 (Inco713C)	D65	73,4	13,64	0,1	-	0,01	2,02	-	0,03	3,85	0,9 Ti, 3,9 Mo, 0,6 Co
j	D5S WAG	D63	34,23	1,73	1,79	-	4,4	-	-	0,76	-	0,11 Mg
k	GJS-SiMo	D64	-	-	3,16	-	4,06	-	-	-	-	0,91 Mo, 0,37 Mg
l	Nr. 1.4931 Ferrit 1 WAG	D61	0,67	12,09	0,17	-	-	-	-	0,59	-	1,11 Mo, 0,3 V

Besonders das Gefüge in c) ist durch einen geringen Kohlenstoff-Anteil sehr verarmt an Ausscheidungen. Obwohl b), c), d), g) und h) austenitisch sind, treten dennoch sehr unterschiedliche Strukturen in den Vordergrund.

Am Beispiel von Duplex-Stählen ist ersichtlich, dass es notwendig ist, für jede Legierung und Fragestellung ein passendes Ätzmittel zu finden. In Abbildung 61 a) sind besonders gut Ferrit (weiß) und Austenit (braun) zu erkennen, in c) Karbide und Delta-Ferrit.

**Abbildung 61: a) Duplex-Stahl D1, Beraha II, b) D1, Groesbeck : c) D3, Beraha II**

Neben der Verwendung des falschen Ätzmittels kann auch eine passende Lösung falsch angewendet werden. Unsaubere Probenvorbereitung, zu lange Ätzzeit (Abbildung 62), zu kurze Einwirkzeit, falsche Temperatur und eine verschmutzte oder alte Ätzlösung sind weitere mögliche Fehlerquellen.

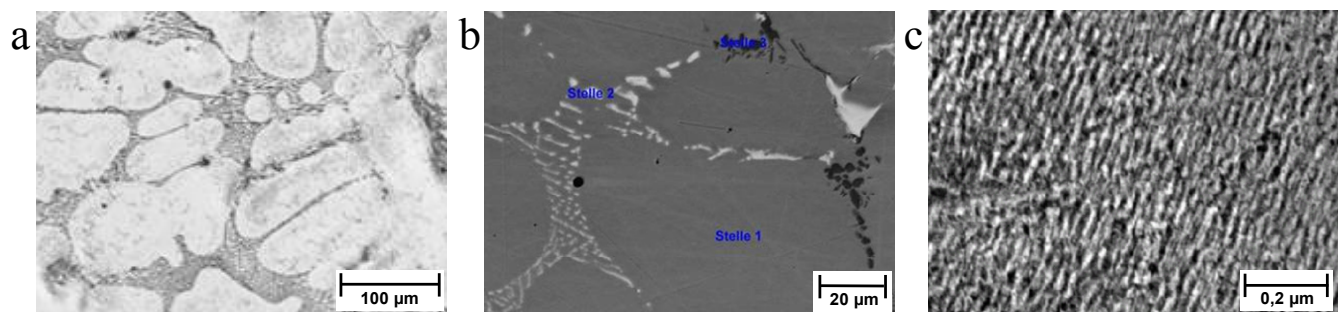
**Abbildung 62: D11 überätzt a) Lichtenegger und Bloch, b) Adler**



Die Elektronenmikroskopie wurde bei Daimler in Ulm, am IfG in Düsseldorf und am NMI in Reutlingen durchgeführt. Der einfallende Elektronenstrahl und die daraus folgende Wechselwirkung zwischen den Elektronen und der Probe löst Mechanismen aus, mit deren Produkten der Aufbau des Materials bestimmt wird [Zimmermann 01]. Hierbei kommen verschiedene Methoden zur Auswertung dieser Signale zur Anwendung. Insbesondere werden Sekundär- und Rückstreuelektronen zur Bildgewinnung herangezogen. Ein Topographiekontrast und damit eine Abbildung der Probenoberfläche wird durch die Sekundärelektronen möglich, da diese direkt in der Probenoberfläche entstehen. Der Kontrast entsteht nun aufgrund des Kanteneffekts, da hier mehr Sekundärelektronen die Probe verlassen können. Deshalb erscheinen zum Detektor geneigte Flächen heller. Rückstreuelektronen mit ihren höheren Energien können die Probe aus größeren Tiefen verlassen. In Bereichen schwerer Elemente werden mehr Elektronen zurückgestreut, was diese Stelle heller erscheinen lässt. Dies verursacht den Materialkontrast. Beim Rasterelektronenmikroskop ist bei einer Vergrößerung von 20 bis 50000-fach eine minimale Auflösung von ca. 10 nm möglich. Die Auflösung hängt von der Beschleunigungsspannung ab. Je höher die Beschleunigungsspannung desto kleiner die Wellenlänge und desto höher die Auflösung [Flegle 95]. Auch die Eindringtiefe der Elektronen ist an die Beschleunigungsspannung gekoppelt, die meist zwischen 5 und 30 keV liegt. Aufgrund der Elektronen ist ein Hochvakuum in der Anlage nötig. Außerdem ist darauf zu achten, dass die Proben leitend sind. Gegebenenfalls muss Silberlack aufgetragen oder einige Atomlagen Gold aufgebracht werden [Hasse 99, Heine 03, Zimmermann 01].

Charakteristische Röntgenstrahlung entsteht, wenn ein Elektron des Elektronenstrahls ein kernnahes Elektron im Atom der Probe herausschleudert. Diese Leerstelle wird mit einem Elektron aus einer höheren Schale des Atoms gefüllt und die Energiedifferenz wird von einem Röntgenquant aufgenommen. Die Energiedifferenz und somit die Energie bzw. Wellenlänge des Röntgenquants ist charakteristisch für das jeweilige Element. Dieses emittierte Spektrum wird von der Bremsstrahlung überlagert. Sie entsteht, wenn Elektronen im elektrischen Feld der Atomkerne abgebremst bzw. abgelenkt werden. Deshalb sind energiearme Spektren oft nur schwer zu bestimmen.

Während im Lichtmikroskop die Absorption für das Bild ausschlaggebend ist, bewirken im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) bei der Durchstrahlung von dünnen Proben elastisch gestreute Elektronen ohne Energieverlust den Amplituden- bzw. Beugungskontrast. Dieser bildet sich aus dem Verhältnis ungehinderter zu gestreuter Elektronen. Der transmittierte Anteil des Elektronenstrahls erzeugt das Bild der Probe. Um eine Elektronentransparenz zu erreichen, wird bei der Probenherstellung das Dünnschliffverfahren angewendet. Hier wird bis auf 10 µm Dicke geschliffen und anschließend die Probe in der Ionendünnapparatur mit Argon-Ionen bis zur Lochentstehung beschossen. An dessen Rand ist die Probe nun für Elektronen transparent. Bei einer Vergrößerung von 500 bis 500000-fach ist eine minimale Auflösung von ca. 0,2 nm möglich [Heine 03, Zimmermann 01]. Mögliche Vergrößerungen und Auflösungen von Lichtmikroskop, REM und TEM sind in Abbildung 63 zu sehen.



**Abbildung 63: D11 a) Schliff LM, b) REM, c) TEM**

Sowohl die energiedispersive (EDX) bzw. wellenlängendispersive Röntgenmikrobereichsanalyse (WDX) als auch die Röntgendiffraktometrie (XRD) bzw. die Röntgenfeinstrukturanalyse beruhen auf der Beugung nach Bragg. Gegenüber Systemen, die mit EDX arbeiten, ist die Nachweisempfindlichkeit mit WDX um eine Größenordnung höher. Außerdem ist hier pro Messung jeweils nur die Analyse eines Elementes möglich, was eventuelle Untersuchungen deutlich zeitintensiver macht [Eggert 05]. Die Röntgenstrahlung wird an einem Kristallspektrometer zerlegt. Nach der Bragg-Bedingung werden nur

Strahlen bestimmter Wellenlänge durch konstruktive Interferenz reflektiert [Hornbogen 06]. Diese kann dem jeweiligen Element bzw. eine deren Verbindungen zugeordnet werden. Bei der Röntgendiffraktometrie wird ein polykristalliner Festkörper durch Röntgenstrahlung untersucht. Die Intensität der reflektierten Strahlung wird in Abhängigkeit von Einfallswinkel, Reflexionswinkel, dem Probenkippen- und Drehwinkel gemessen. Jede kristalline Phase besitzt ein charakteristisches Diagramm. Durch die Abhängigkeit der Winkel von den kristalltypischen Netzebenenabständen kann mittels Datenbanken und Phasentabellen die jeweilige Phase identifiziert werden.

Tabelle 20 führt die in dieser Arbeit verwendeten Apparate und Einrichtungen auf.

**Tabelle 20: verwendete Elektronenmikroskope und EDX-Apparate**

	<b>Bezeichnung</b>	<b>Einrichtung</b>
REM	Hitachi High Technology S-3400N (30 kV)	IfG
	CamScan Typ S4 (20 kV)	Daimler
	ZEISS Auriga (3 - 5 kV)	NMI
	ZEISS Crossbeam 1540XB (FIB und REM) (3 kV)	NMI
TEM	TEM Joel, JEM 2000 FX II (200 kV)	NMI
EDX	Thermo- Scientific (Auflösung 132 eV)	IfG
	Bruker AXS Xflash Detector 5030 (5 - 30 kV)	NMI
	RÖNTEC UHW Dewar Detektor (200 kV) (im TEM)	NMI
	Link Systems EDX (Oxford)	Daimler

Die Unzulänglichkeit der Metallographie bzw. der elektronenmikroskopischen Untersuchungen ist der lateral äußerst begrenzte Bereich. Inhomogenitäten im Material müssen berücksichtigt werden und das Gefüge sollte in unterschiedlichen Bereichen betrachtet werden.

Der Fehler, der bei EDX- bzw. WDX-Messungen entsteht, kann allgemein der Größe der Eindringbirne gegenübergestellt werden. Diese hängt stark von der Dicke und der Zusammensetzungen des jeweiligen Materials ab. Fehlmessungen, die in den Detektoren begründet sind, sind in diesem Fall zu vernachlässigen.

#### 4.2.1.3 Rückstandsanalyse

Am Werkstoffkompetenzzentrum bei ThyssenKrupp Steel in Duisburg werden nichtmetallische Einschlüsse wie Karbide, Nitride und Oxide mittels Rückstandsanalyse und anschließender REM- und EDX- bzw. XRD-Untersuchung begutachtet. Dabei ist zu beachten, dass das Primärgefüge untereinander verbunden sein muss und nicht vollkommen von Karbiden umschlossen sein darf, da ansonsten die vollständige Auflösung der Matrix verhindert wird. Der Nachweis von Nitriden ist jedoch auch hier ungenau, da diese Einschlüsse auch teilweise aufgelöst werden können [Koch 52]. Für die Rückstandsanalyse wird der Vergleich zwischen Gusszustand und einer Auslagerung von 200 h bei 1050°C herangezogen. Der Stahl wird elektrochemisch mit Iod-Methanol aufgelöst. Die Proben werden in einer Lösung aus 5 Teilen Wasser, 4 Teilen Salzsäure und 1 Teil Beizentfetter bei 60°C gebeizt, anschließend mit heißem Wasser und Ethanol abgespült und mit Argon getrocknet. 7 g Iod je Gramm aufzulösendem Stahl und 70 ml getrocknetes Methanol pro Gramm Stahl werden in einer Lösung bis zum Sieden erhitzt. Das Ätzen der Oberfläche dauert ca. 3-4 h, das Auflösen, um genügend Material zum Untersuchen der Rückstände zu erhalten, einige Tage. Die Lösung wird mit Natriumthiosulfat neutralisiert und die Isolierungsrückstände werden gefiltert. Dabei können allgemein Einschlusstypen wie Oxide, Nitride und Karbide gefunden werden [Koch 52].

#### 4.2.1.4 Ferritanalyse

Mit dem magnetinduktiven Wirbelstrom-Prüfverfahren lässt sich der Ferritanteil einer Probe bestimmen. Das Feritscope von Fischer ermittelt den Ferrit- bzw. Deltaferritgehalt und den magnetischen Verformungsmartensit an größeren Bauteilen, aber auch an Schliffen, wenn diese größer als der Durchmesser der Messsonde (Abbildung 64) sind.



Abbildung 64: Feritscope von Fischer

Mit diesen Ergebnissen ist es möglich, den Ferritgehalt aus der optischen Untersuchung von Schliffen zu verifizieren. Somit kann bei steigendem  $\alpha$ -Gehalt teilweise ein rapides Absinken der Festigkeit bei hohen Temperaturen bei geändertem Verhältnis von Nickel, Chrom und Stickstoff erklärt werden. Beim Verwenden von geeigneten Kalibrierproben kann der Ferritgehalt mit  $\pm 0,1\%$  angegeben werden. Bei Proben mit Martensit ist eine genaue Bestimmung des Ferrits jedoch nicht möglich.

### 4.2.2 Mechanische Eigenschaften

Der Inhalt dieses Kapitels beschäftigt sich mit den Methoden zur Ermittlung der mechanischen Kennwerte der aufgeführten Legierungen. Hierbei wird insbesondere auf die Zug- und Kriechversuche eingegangen. Weiterhin werden Untersuchungen zur thermischen Ermüdung, dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten, der Härte und gesondert dem E-Modul bei Raumtemperatur durchgeführt. Betrachtet man allgemein die möglichen Fehlerquellen in diesen Untersuchungen, dann muss an erster Stelle der Zustand der verwendeten Proben erwähnt werden. Diese werden aus möglichst homogenen und fehlerfreien Bereichen von Gussblöcken gefertigt. Im Gusszustand sind jedoch immer Poren, Seigerungen und andere Fehlstellen vorhanden. Diese Unregelmäßigkeiten überlagern andere mögliche Fehlerquellen, die im verwendeten Equipment, in der Software oder in den Auswertungen begründet sind. Deshalb ist es oft sinnvoll logischen Trends in den Werkstoffdaten zu folgen und nicht immer den absoluten Werten zu vertrauen. Besonders bei Versuchen im Hochtemperaturbereich steigen diese Einflüsse stark an und müssen stets bei der Interpretation der Ergebnisse berücksichtigt werden.

#### 4.2.2.1 Thermischer Ausdehnungskoeffizient

Bei der Firma NETZSCH wird mittels eines Schubstangendilatometers vom Typ 402C der thermische Ausdehnungskoeffizient gemessen. Das Gerät ist vakuumdicht und Messungen können im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 1100°C durchgeführt werden. Während sich verschiedene Austenite kaum unterscheiden und in einem Bereich von ca.  $1,5-1,8 \times 10^{-5} \text{ 1/K}$  liegen, können andere Werkstoffe wie Ferrite klar davon abgegrenzt werden. Auch Gefügeumwandlungen, die durch einen Knick in der Kurve (Abbildung 65) gekennzeichnet sind, können dargestellt werden.

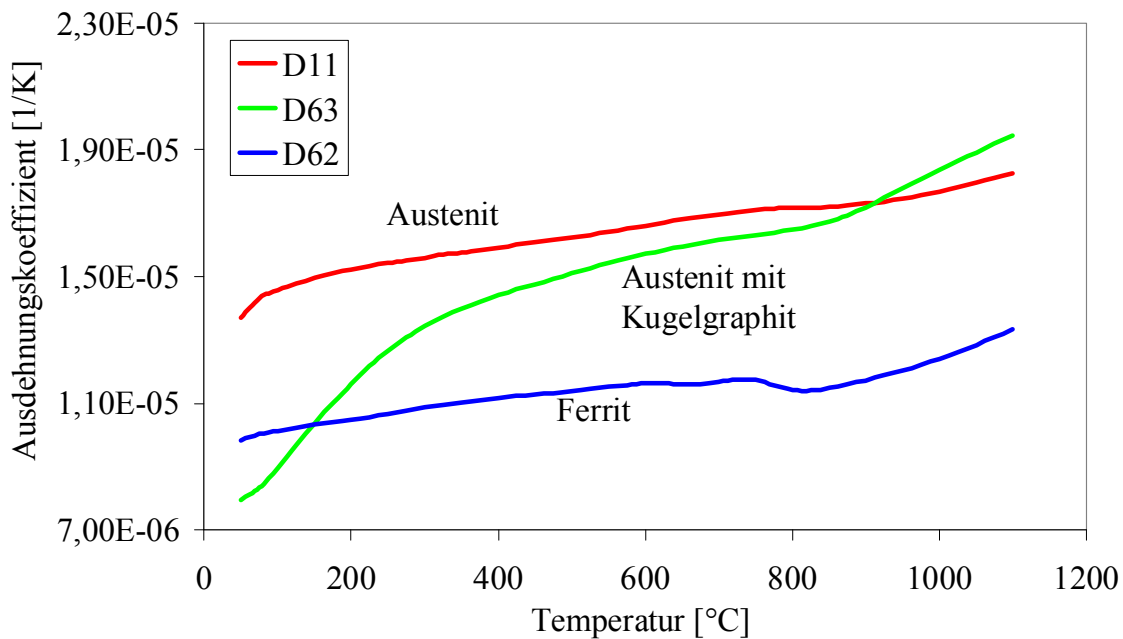


Abbildung 65: thermischer Ausdehnungskoeffizient

Ueta *et al.* [04] gibt wiederum eine Möglichkeit, den thermischen Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha$  [ $10^{-6}$  1/K] bei 1050°C abzuschätzen:

$$\alpha = 21,281 - 0,046Ni - 0,044Cr - 0,135W + 1,656Nb - 0,192NbC - 0,082M_{23}C_6 \quad (26)$$

Die Legierungselemente werden in Gew.-%, die Karbide in Mol-% angegeben.

#### 4.2.2.2 Zugversuch

Kennwerte wie Zugfestigkeit  $R_m$ , Dehngrenze  $R_{p0,2}$ , Elastizitätsmodul  $E_M$ , Gleichmaßdehnung  $A_g$  und Bruchdehnung  $A$  werden bei verschiedenen Temperaturen bis max. 1050°C anhand von Zugversuchen an einer Zugmaschine vom Typ Z100 der Firma Zwick/Roell ermittelt [Heine 03, Norm d] und mit der Software testXpert ausgewertet. Da die Werkstoffkenngrößen von der Beanspruchungsgeschwindigkeit abhängig sind, liegt die Prüfgeschwindigkeit bei allen Temperaturen mit einer Dehnrage von  $10^{-3}$  1/s und 20 mm Prüflänge bei 0,02 mm/s. Außerdem ist darauf zu achten, dass die Dehnung gleichmäßig und stoßfrei verläuft. Abbildung 66 zeigt die Y-Probe, woraus die Proben für die Zugversuche und auch für die später beschriebenen Kriech- bzw. Stufenkriechversuche entnommen werden [Norm d].

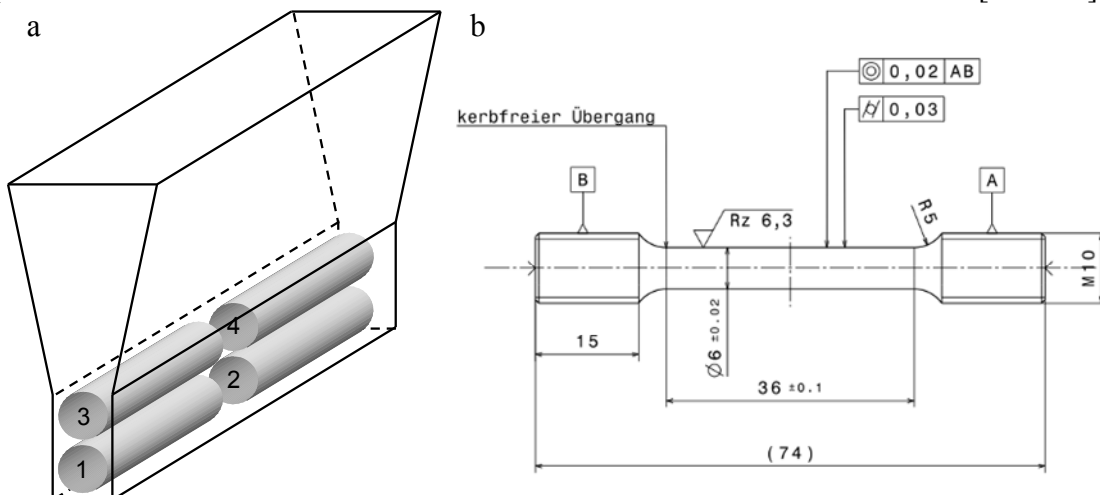


Abbildung 66: a) Y-Probe, b) M10 Zugprobe nach DIN

In Abbildung 67 ist der Abfall der Festigkeit und der Anstieg des Dehnvermögens der Legierung D11 von Raumtemperatur zu 1050°C zu sehen. Um der statistischen Unsicherheit entgegenzuwirken, werden bei jeder untersuchten Temperatur möglichst je drei Proben getestet.

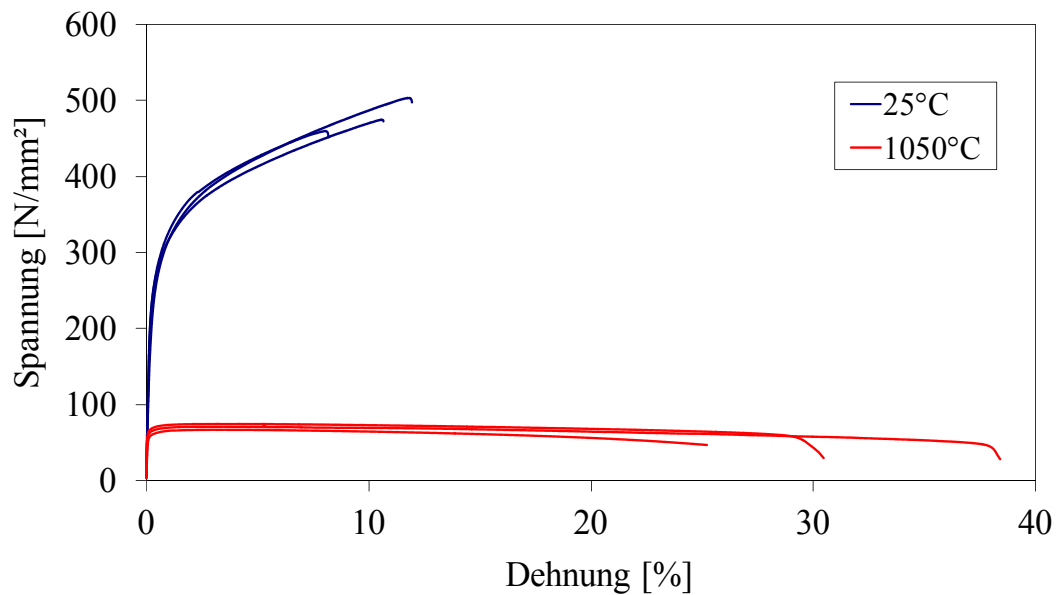


Abbildung 67: Zugversuche D11 bei Raumtemperatur und 1050°C

Während bei Raumtemperatur und 700 °C noch eine Verfestigung durch den Spannungsanstieg bei plastischer Verformung im Zugversuch zu beobachten ist, verschwindet dieser Effekt bei höheren Temperaturen. Die starken Schwankungen bei den Dehnungen sind in der Inhomogenität der Gussproben zu sehen. Die Daten der Versuche sind in Tabelle 21 angegeben. Dehnungen und E-Modul-Messungen sind bei hohen Temperaturen mittels Zugversuch nicht korrekt bestimm- bzw. bewertbar.

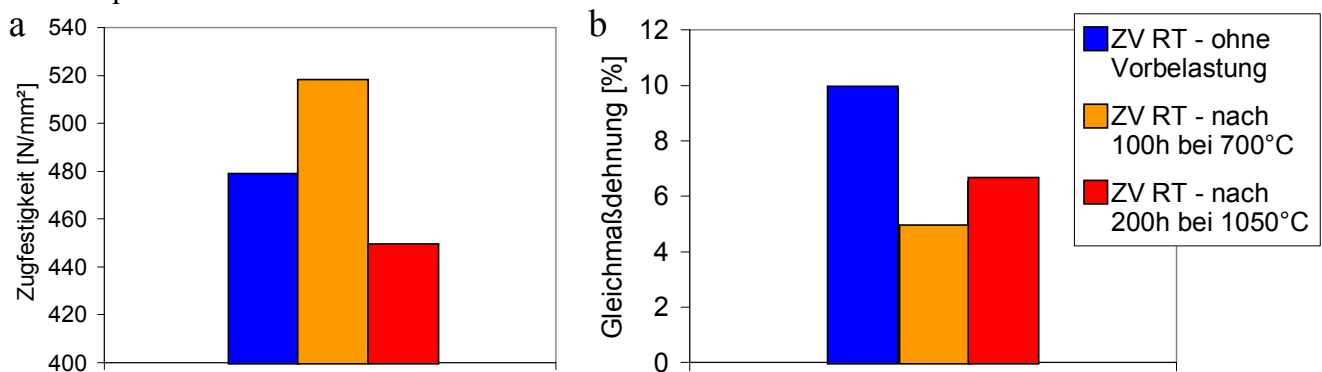
Tabelle 21: Daten Zugversuche D11

Temp [°C]	Proben	$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$R_{p0.2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	E [kN/mm <sup>2</sup> ]	$A_g$ [%]	A [%]
RT	1	503	254	112	11	12
	2	474	264	130	10	10
	3	459	261	150	8	8
	Mittelwert	479	260	131	10	10
	Standardabweichung	22	5	19	2	2
700	1	300	169			
	2	361	175			
	3	353	164			
	Mittelwert	338	169			
	Standardabweichung	33	6			
850	1	205	161			
	2	175	148			
	3	169	152			
	Mittelwert	183	154			
	Standardabweichung	19	6			
950	1	111	100			
	2	108	98			
	3	109	99			
	Mittelwert	109	99			
	Standardabweichung	1	1			
1050	1	67	60			
	2	74	68			
	3	74	69			
	Mittelwert	72	66			
	Standardabweichung	4	5			

n/a



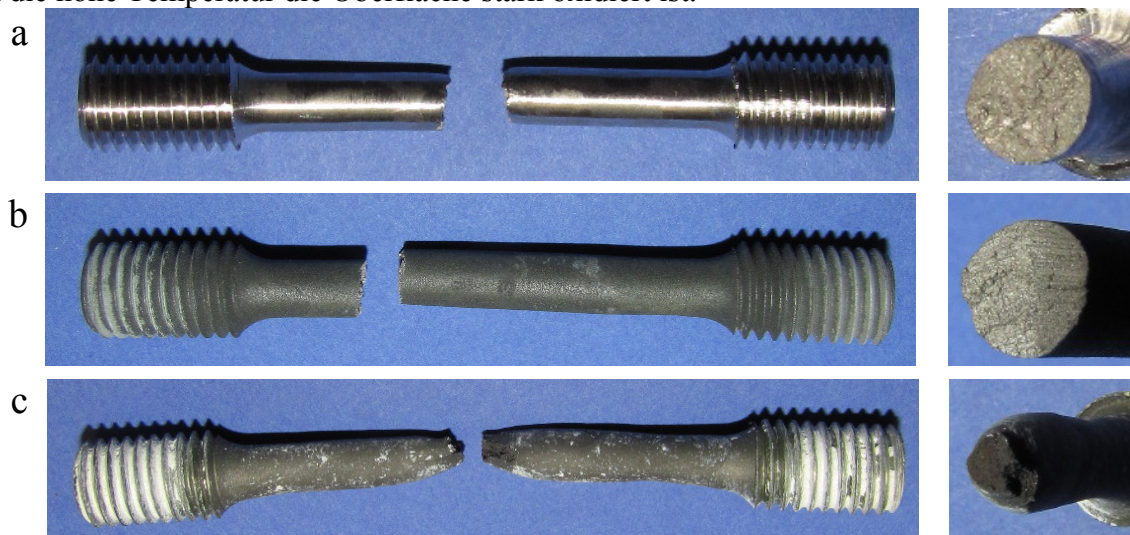
Durch eine Auslagerung der Zugproben von 100 h bei 700°C und von 200 h bei 1050°C kann neben dem Oxidationsverhalten der Proben zusätzlich auch die Versprödung anhand eines Zugversuchs bei Raumtemperatur untersucht werden.



**Abbildung 68: Vergleich Zugversuche D11 bei RT, ausgelagert 100h bei 700°C, 200h bei 1050°C**

Beide Auslagerungen bringen eine Versprödung mit sich. Bei 700°C wird diese durch den starken Anstieg der Zugfestigkeit und den Abfall der Dehnung sichtbar. Im Falle von 1050°C kann der Abfall von Zugfestigkeit und Dehnung in der Homogenisierung des Gefüges und der Versprödung durch die Bildung neuer Phasen begründet werden.

Abbildung 69 zeigt exemplarisch verschiedene gebrochene Zugproben und deren Bruchfläche nach einem Zugversuch bei Raumtemperatur in a) ohne, in b) mit vorhergehender Auslagerung. Außerdem ist in c) eine Zugversuchssprobe nach der Belastung von 1050°C zu sehen. In c) erkennt man eine deutliche Verlängerung des zu prüfenden Bereichs der Probe und Einschnürung des Querschnitts. Neben den Zugversuchsergebnissen lassen sich auch aus den Probenoberflächen Informationen gewinnen. Durch eine Auslagerung wurden in b) die Korngrenzen bzw. Phasengrenzen geschwächt und das Gefüge ist versprödet. Auf der Oberfläche der Bruchflächen ist eine dendritische Struktur zu erkennen. Somit verläuft der Bruch im zwischendendritischen Bereich. Zusätzlich ist auffällig, dass in c) durch die hohe Temperatur die Oberfläche stark oxidiert ist.

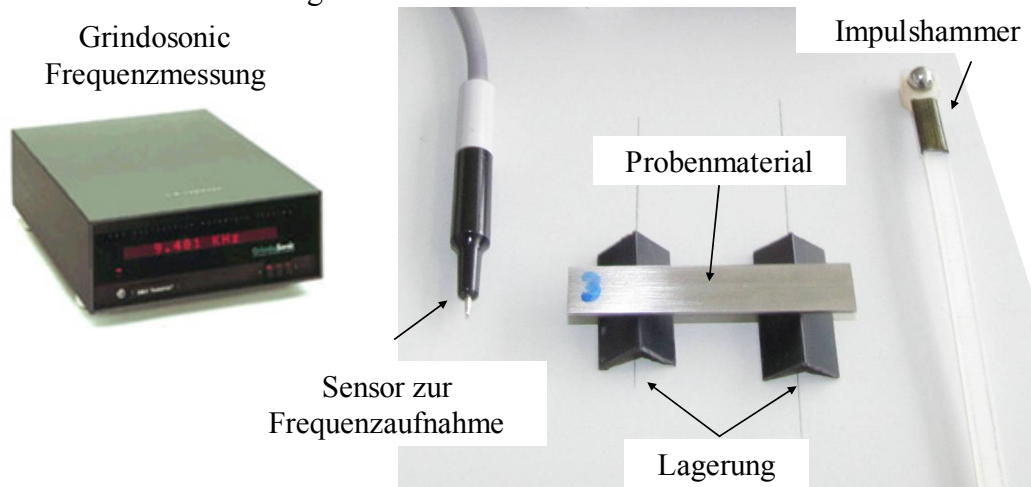


**Abbildung 69: Proben Zugversuche D11 bei a) Raumtemperatur, b) Raumtemperatur nach Auslagerung von 200 h bei 1050°C, c) 1050°C**

Bei diesen Versuchen ist auf eine saubere und kerbfreie Oberfläche der Proben insbesondere im Bereich der Prüflänge zu achten, da es sonst zu einem frühzeitigen Bruch kommen kann und das Ergebnis verfälscht wird.

### 4.2.2.3 E-Modul

Mit der Frequenzmessung nach ASTM E1876 wird der Elastizitätsmodul im Vergleich zur graphischen Ermittlung des E-Modul aus den Zugversuchen bestimmt.



**Abbildung 70: Elastizitätsmodul-Messung mittels Grindosonic**

Durch elastisches Anschwingen wird die Probe angeregt und die Eigenschwingfrequenz  $f$  der Grundschiwingung kann gemessen werden. Mit Länge  $L$ , Breite  $b$ , Dicke  $w$  [mm] und dem Gewicht  $m$  [mg] wird der E-Modul berechnet.

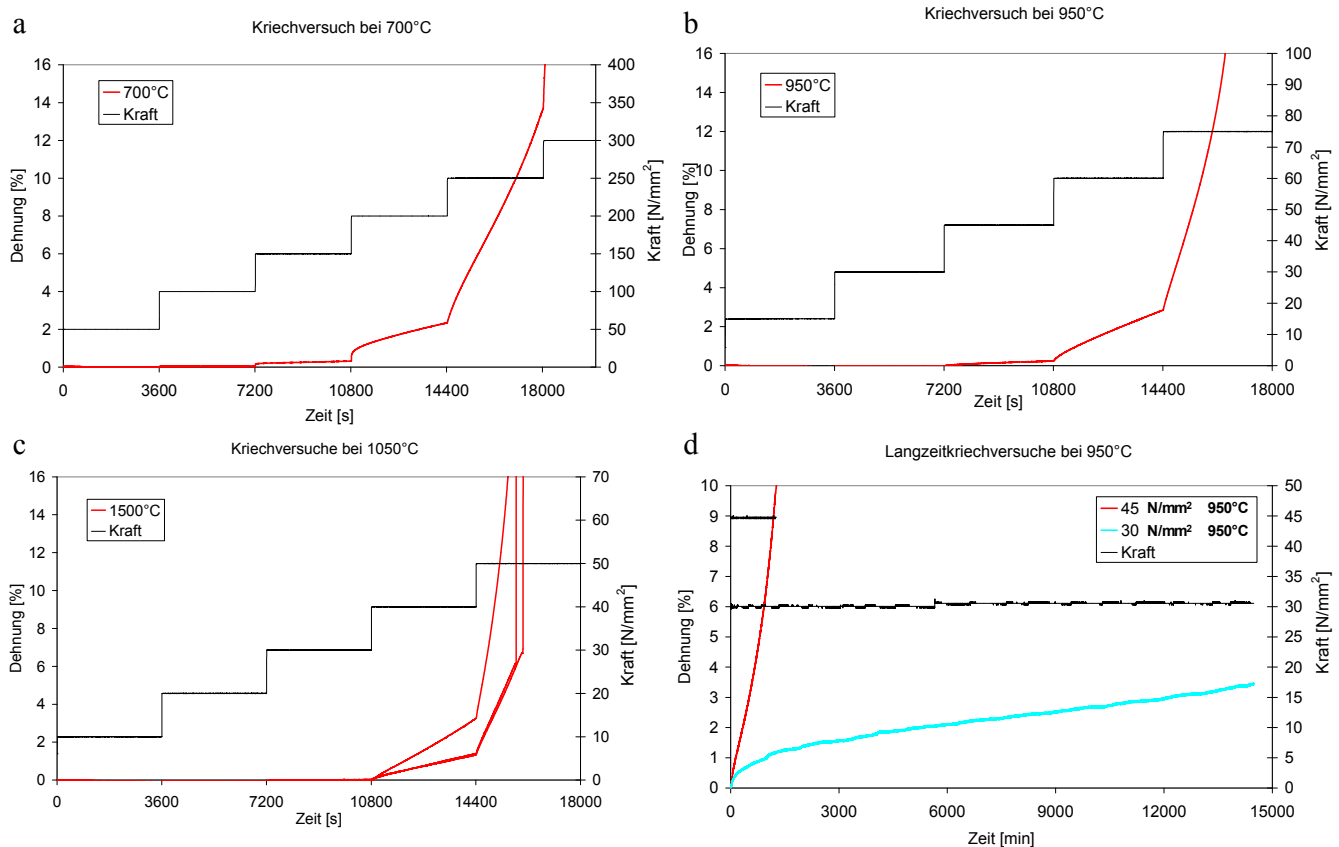
$$E_M = 0,9465 \left( \frac{m \cdot f^2}{b} \right) \left( \frac{L^3}{w^3} \right) \left[ 1 + 6,585 \left( \frac{w^2}{L} \right) \right] \quad (27)$$

Voraussetzung dafür ist eine Geometrie mit planparallelen Seiten. Die Methode ist robust, schnell und weist einen im Vergleich zum Zugversuch äußerst geringen Messfehler von ca.  $\pm 5 \text{ kN/mm}^2$  auf.

### 4.2.2.4 Zeitstandversuch und Stufenkriechversuch

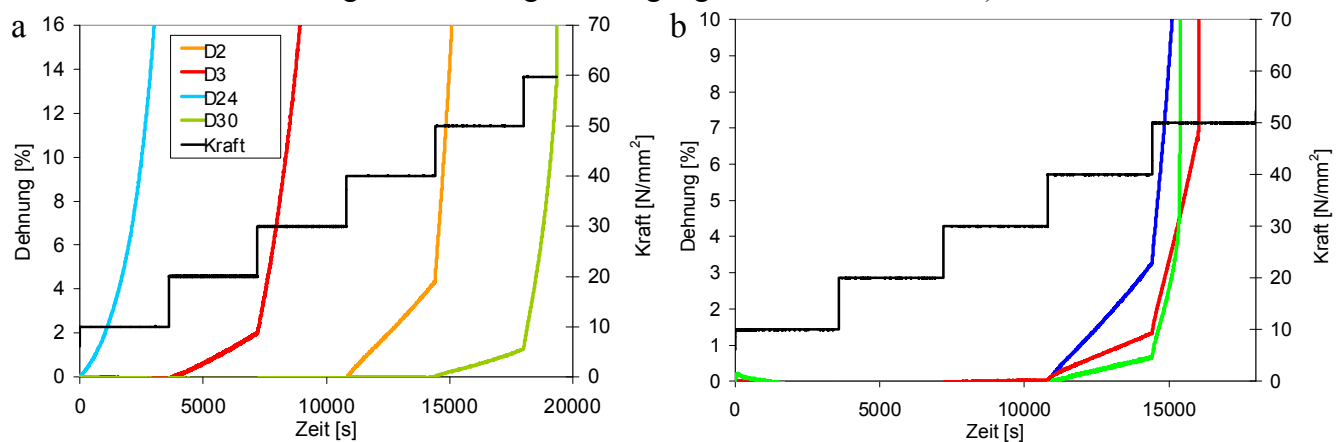
Das Kriechen bezeichnet eine zeit- und temperaturabhängige plastische Verformung. Bei Zeitstandversuchen unter konstanter Temperatur und Last an Luft bis zum Bruch ist eine Unterscheidung zwischen elastischem und plastischem Dehnanteil nicht möglich. Der Zeitstandversuch [Norm e] nimmt im Extremfall mehrere Jahre in Anspruch [Heine 03]. Im Rahmen dieser Arbeit konnten Kriechversuche bis zu maximal 22 Tagen durchgeführt werden. Ein kürzerer Kriechversuch von bis zu 7 h stellt die modifizierte Form dieses Zeitstandversuches dar. Hier erfolgt eine zeitgesteuerte Laststeigerung in mehreren Stufen. Dabei wird der Werkstoff bis zum Versagen geprüft, was einem Bruch oder einer Dehnung von mehr als 40% entspricht. Während beim Zeitstandversuch eine konventionelle Kriechmaschine vom Typ DSM6102 von Zwick zum Einsatz kommt, welche eine Prüfkraft von bis zu 50 kN aufbringen kann, wird dagegen beim Stufenkriechversuch eine Zugprüfmaschine verwendet, die mit wassergekühlten Spannvorrichtungen, einem Dreizonenofen und einem Extensiomter für die zeitliche Längenänderung auf hohe Temperaturen ausgelegt ist. Im Falle der Stufenversuche ergeben sich bei einer Lastaufbringung von 500 N/s und einer Stufendauer von 60 min Stufen von  $50 \text{ N/mm}^2$  bei  $700^\circ\text{C}$ ,  $15 \text{ N/mm}^2$  bei  $950^\circ\text{C}$  und  $10 \text{ N/mm}^2$  bei  $1050^\circ\text{C}$ . Es können jedoch keine Informationen aus Gefügeveränderungen gewonnen werden, welche nur bei langen Haltezeiten zustande kommen. Die Langzeitkriechversuche bei  $950^\circ\text{C}$  werden mit einer konstanten Spannung durchgeführt. Dadurch ist es möglich, Daten zum Bruchverhalten bei 100 h bzw. 1000 h bis zum Bruch und bei 2% Dehnung zu erhalten. In Abbildung 71 werden die Varianten des Kriechversuches am Beispiel des Werkstoffes D11 gezeigt. Im Kriechversuch bei  $700^\circ\text{C}$  kommt es am

Anfang der Stufen analog zum Zugversuch zur Verfestigung. Während beim sekundären Kriechen nach Frommeyer *et al.* [06] die Dehnrates im Bereich von  $10^{-8} \frac{1}{s} < \dot{\varepsilon} < 10^{-2} \frac{1}{s}$  liegt, ergeben sich bei den Stufenkriechversuchen Dehnrates von ca.  $10^{-5} \frac{1}{s} < \dot{\varepsilon} < 10^{-3} \frac{1}{s}$  und bei den Zeitstandversuchen von ca.  $10^{-6} \frac{1}{s} < \dot{\varepsilon} < 10^{-5} \frac{1}{s}$ .



**Abbildung 71: D11 a) Stufenversuch 700°C, b) Stufenversuch 950°C, c) Stufenversuch 1050°C, d) Zeitstandversuch 950°C bei 30 und 45 N/mm²**

Abbildung 72 a) zeigt exemplarisch die unterschiedlichen Kriecheigenschaften von vier Werkstoffen. Während ein Werkstoff bereits bei einer Belastung von 10 N/mm² versagt, erträgt eine andere Legierung die fünfte Stufe mit 60 N/mm². Bei den Stufenkriechversuchen besteht bei drei Proben desselben Werkstoffs eine große Streuung der Steigungen bei 50 N/mm² in b).

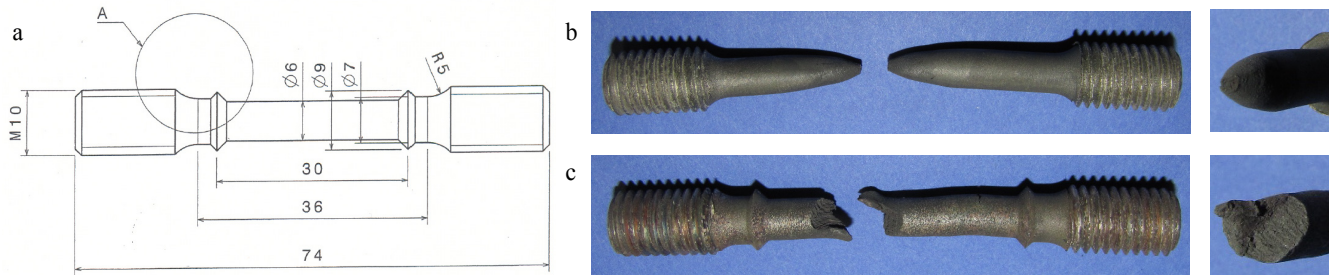


**Abbildung 72: a) verschiedene Legierungen im Stufenkriechversuch, b) große Streuung von D11**

Die verschiedenen Werkstoffe werden in Kapitel 5.1 und 5.2 näher erläutert.



Abbildung 73 a) zeigt die Probengeometrie für diese Versuche und die Bruchflächen des Stufenkriechversuchs mit einer Laufzeit von 6 Stunden in b) und des Zeitstandversuchs mit einer Laufzeit von über 200 Stunden in c).

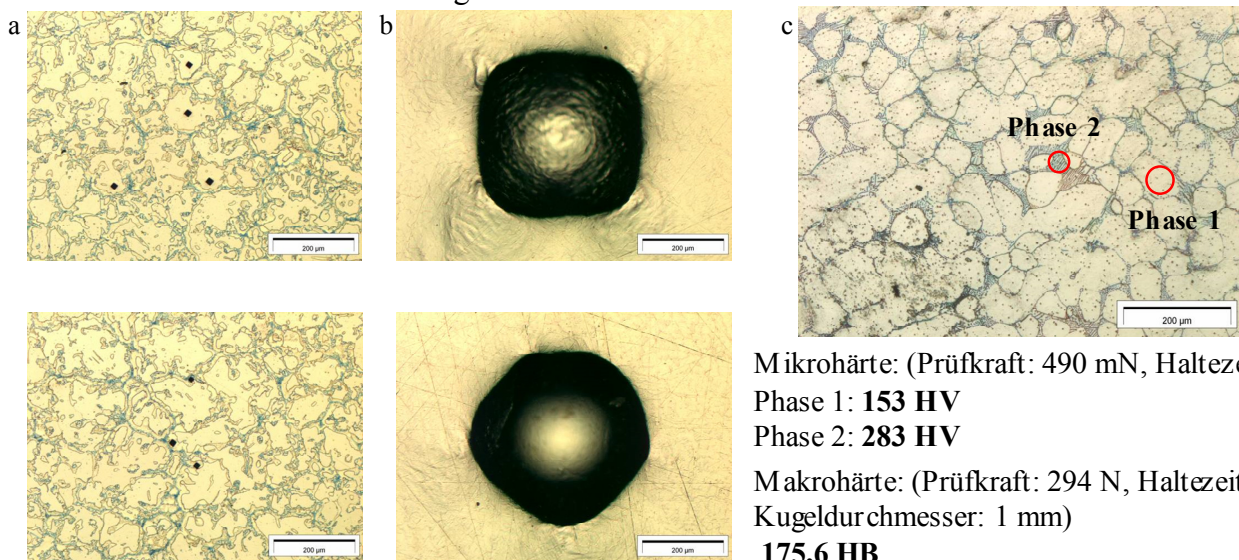


**Abbildung 73: a) M10 Kriechprobe nach DIN, b) D11 Stufenkriechversuch 6 h, c) D11 Zeitstandversuch > 200 h**

Im Vergleich zu der Bruchfläche der Zugversuchspröben in Abbildung 69 a) und b) weisen diese Proben in b) einen kegelförmigen Einschnürbereich (vergleichbar zum Versuch bei 1050°C in Abbildung 69 c) auf. In Abbildung 73 c) ist eine 45° Abscherung zu sehen.

#### 4.2.2.5 Härte

Während oft die Härte bei Gusslegierungen dazu dient die Zugfestigkeit abzuschätzen, sind hier die Härtearten der einzelnen Gefügebestandteile im Vergleich zum Matrixgefüge wichtig. Deren Einfluss auf die mechanischen Kennwerte soll ermittelt werden. Für die Makrohärte wird im Normalfall Brinell nach DIN EN 100003-1 verwendet. Da hier eine Stahlkugel verwendet wird, ist diese Methode für harte Werkstoffe nicht sehr gut geeignet. Bei der Messung der Mikrohärt kommt eine Diamantpyramide nach Vickers zum Einsatz (DIN EN ISO 6507). Abbildung 74 a) zeigt Mikrohärtabdrücke in HV und b) Makrohärteabdrücke in HB, wobei es durch das weiche Einbettmittel der Proben und durch stark unterschiedliche Gefügebestandteile Probleme geben kann, runde Abdrücke zu erhalten. Eine Verringerung der Höhe der Einbettmasse kann dies verbessern. In c) ist der Vergleich zwischen Mikro- und Makrohärte anhand eines Gefügebildes zu sehen.

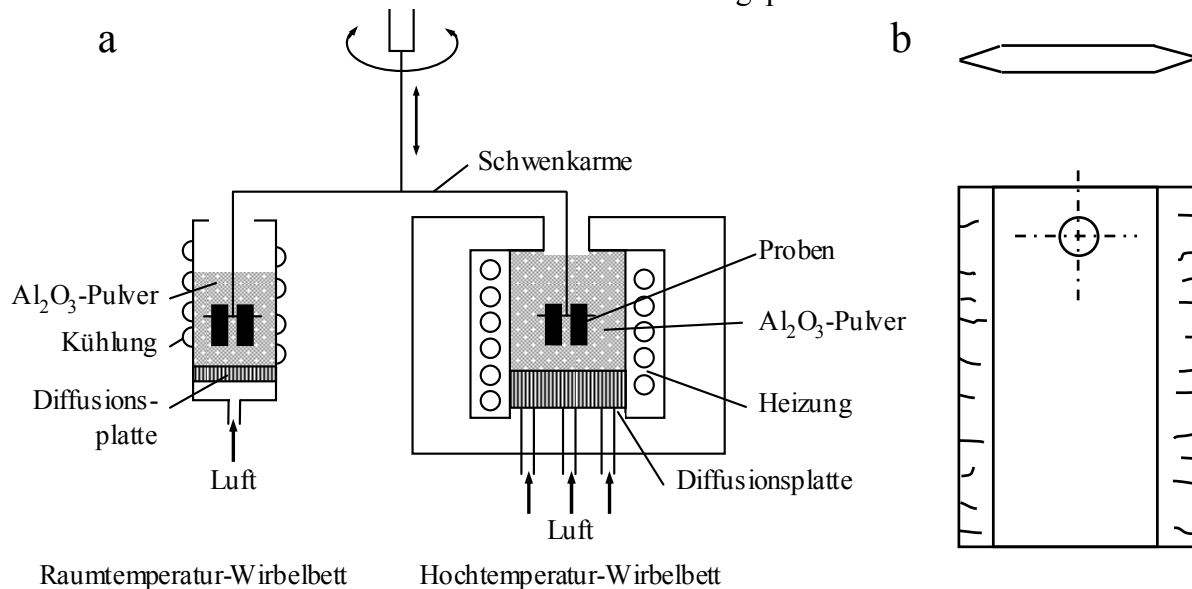


**Abbildung 74: a) Mikrohärt (HV), b) Schwierigkeiten Messen Makrohärte (HB), c) Mikro-, Makrohärte D11**

Für genaue Untersuchungen muss die Dicke des Prüfkörpers mindestens zehnmal die Eindringtiefe in die Probe betragen.

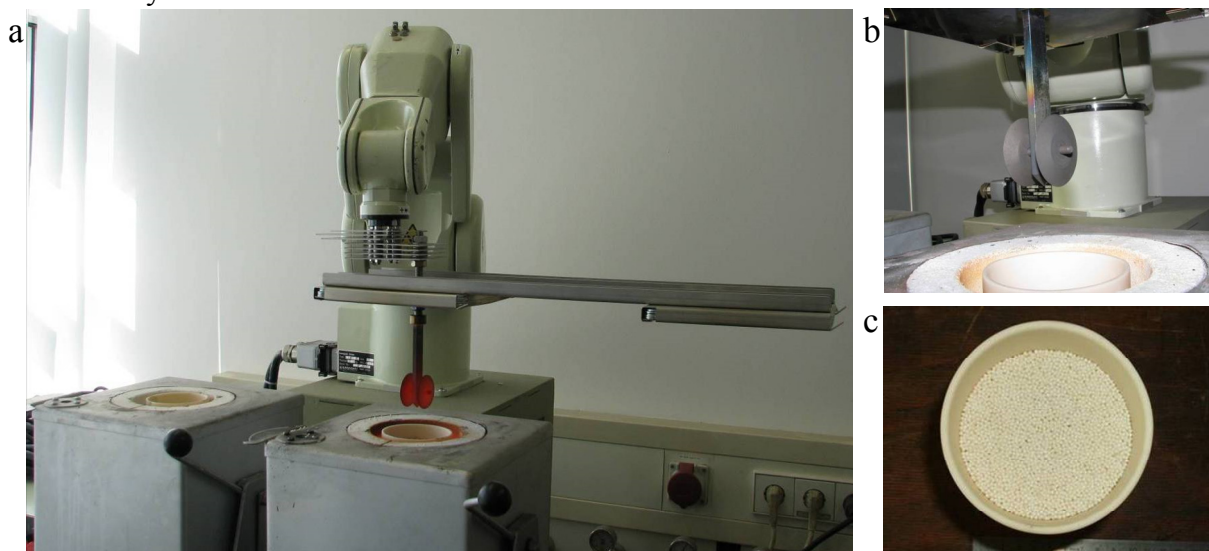
#### 4.2.2.6 Thermoermüdungsverhalten

In Bürgel [06] wird eine Fließbetтанlage (Abbildung 75 a) zur Untersuchung des Thermoermüdungsverhaltens von Legierungen beschrieben. Hier wird eine keilförmige Probe (b) zwischen einem Wirbelbett bei Raumtemperatur und einem bei hoher Temperatur zyklert. Ueta *et al.* [04] verwendet einen ähnlichen Versuchsaufbau und eine ähnliche Probengeometrie, wobei diese rotationssymmetrisch als Scheibe ausgeführt ist. In dieser Arbeit werden ein anderer Aufbau des Prüfstands und eine an die Geometrie und Größe des Ofens angepasste Probe verwendet.



**Abbildung 75: Prüfung thermische Ermüdung a) Aufbau einer Fließbetтанlage, b) Doppelkeilprobe mit Rissen an den Kanten nach [Bürgel 06]**

Der Prüfstand (Abbildung 76 a) besteht aus dem Roboter, einem Roboterarm, der Roboter-Steuereinheit, zwei Öfen mit  $200^\circ\text{C}$  (Ofen 1) und  $1050^\circ\text{C}$  (Ofen 2) und einer Probenaufnahme (b). Der gesondert gefertigte Halter inklusive der Befestigungsschraube aus einer Nickelbasislegierung muss die Testreihen unbeschadet überstehen. Das Material entspricht den Halterungen der Hochtemperatur-Zugmaschinen. Eine Abdeckung des Hochtemperaturofens verhindert einen zu hohen Wärmeverlust während der Zyklen. In beiden Öfen befindet sich ein Keramik-Tiegel (c), der mit hochtemperaturfesten Keramik-Kugeln gefüllt ist. Diese gewährleisten, dass die Proben eine konstante Temperatur während des Zyklus erfahren. Der Prüfstand simuliert wechselnde thermische Beanspruchungen. Ein Thermoermüdungszyklus beschreibt einen Warmzyklus von 5 min bei  $1050^\circ\text{C}$ , einen Schwenkvorgang und einen Kaltzyklus von 5 min bei  $200^\circ\text{C}$ .



**Abbildung 76: a) Thermoerschöckprüfstand, b) Probe mit Probenhalter, c) Tiegel mit Keramik-Kugeln**

Mittels Thermoelementen, siehe Abbildung 77 a), wird die Temperaturschwankung in b) und der Zyklus in Abbildung 78 a) aufgezeichnet.

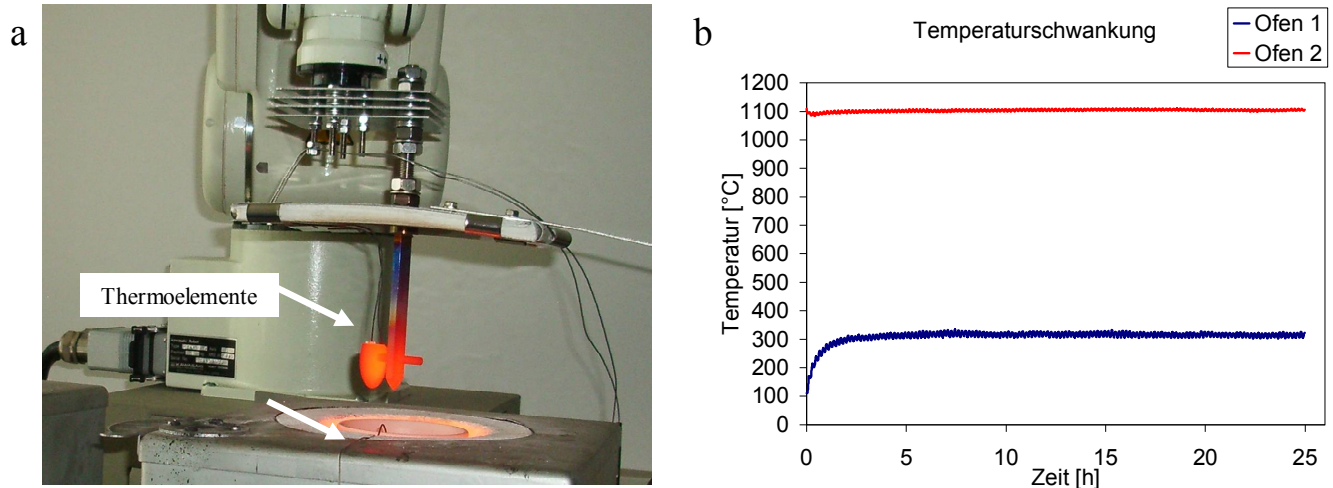


Abbildung 77: a) Thermoelemente, b) Temperaturschwankung

Durch den Dickenunterschied zwischen dem Probeninneren und -äußeren ergibt sich beim Aufheizen ein Temperaturunterschied von max. ca. 140 K und beim Abkühlen von max. ca. 80 K (Abbildung 78 in b). Der Außenrand der Probe wird durch die großen thermischen Belastungen am stärksten beansprucht und stellt deshalb den Bereich der Rissinitiierung dar. Die Simulation in c) zeigt den Spannungsgradienten innerhalb der Scheibe.

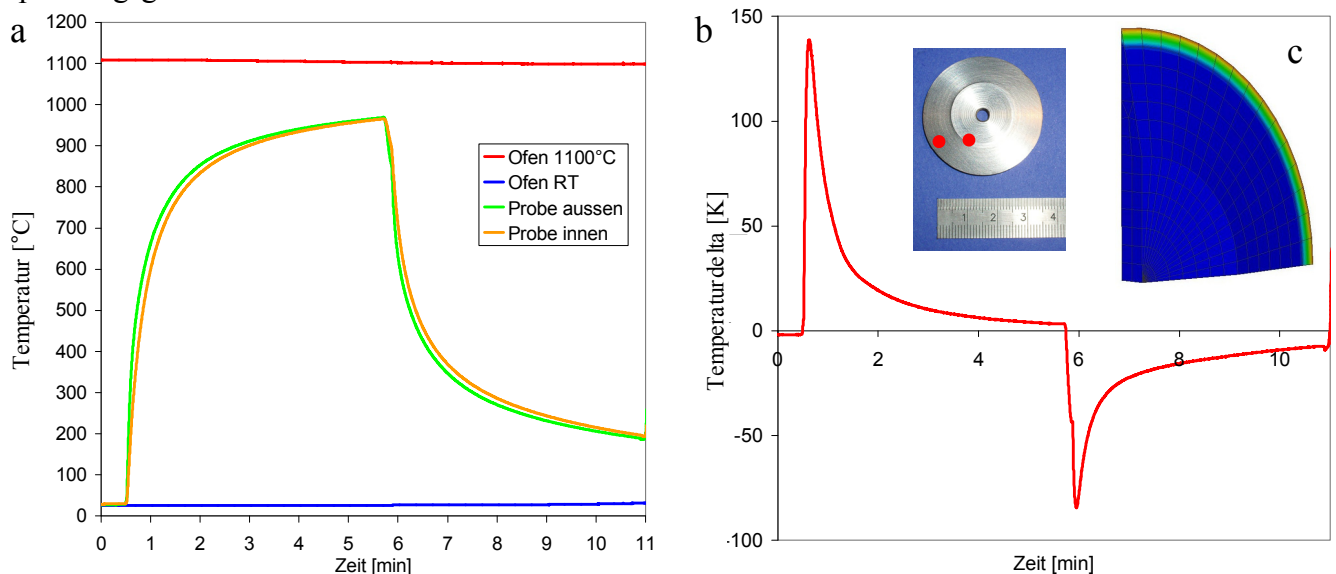
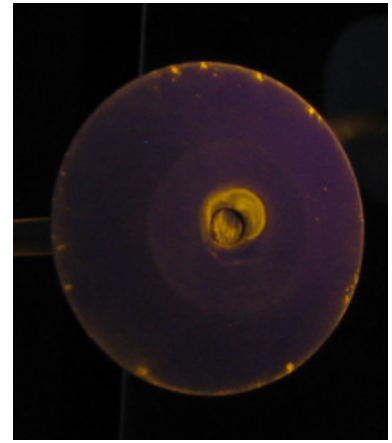
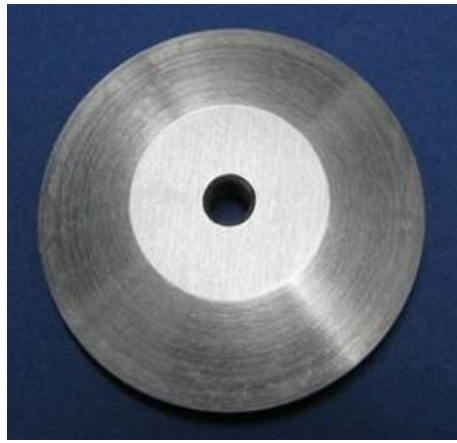
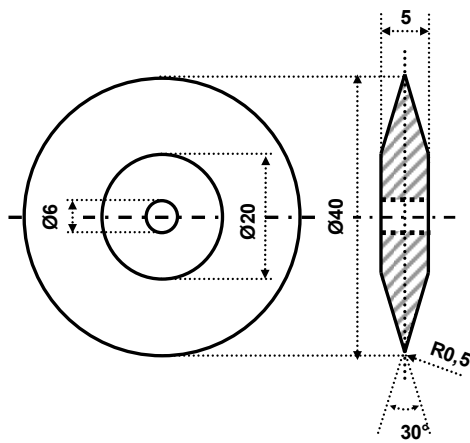


Abbildung 78: a) Darstellung eines Thermozyklus, b) Temperaturdelta, c) Simulation der Scheibe

Während des Durchgangs von 140 Zyklen erreicht Ofen 1 eine stabile Temperatur von 1063°C und Ofen 2 eine Temperatur von 328°C. Diese Aufheiz- bzw. Abkühlvorgänge sind bei den verschiedenen Durchgängen mit unterschiedlichen Legierungen identisch. Die maximale Temperatur der Proben liegt dabei bei knapp unter 1000°C.

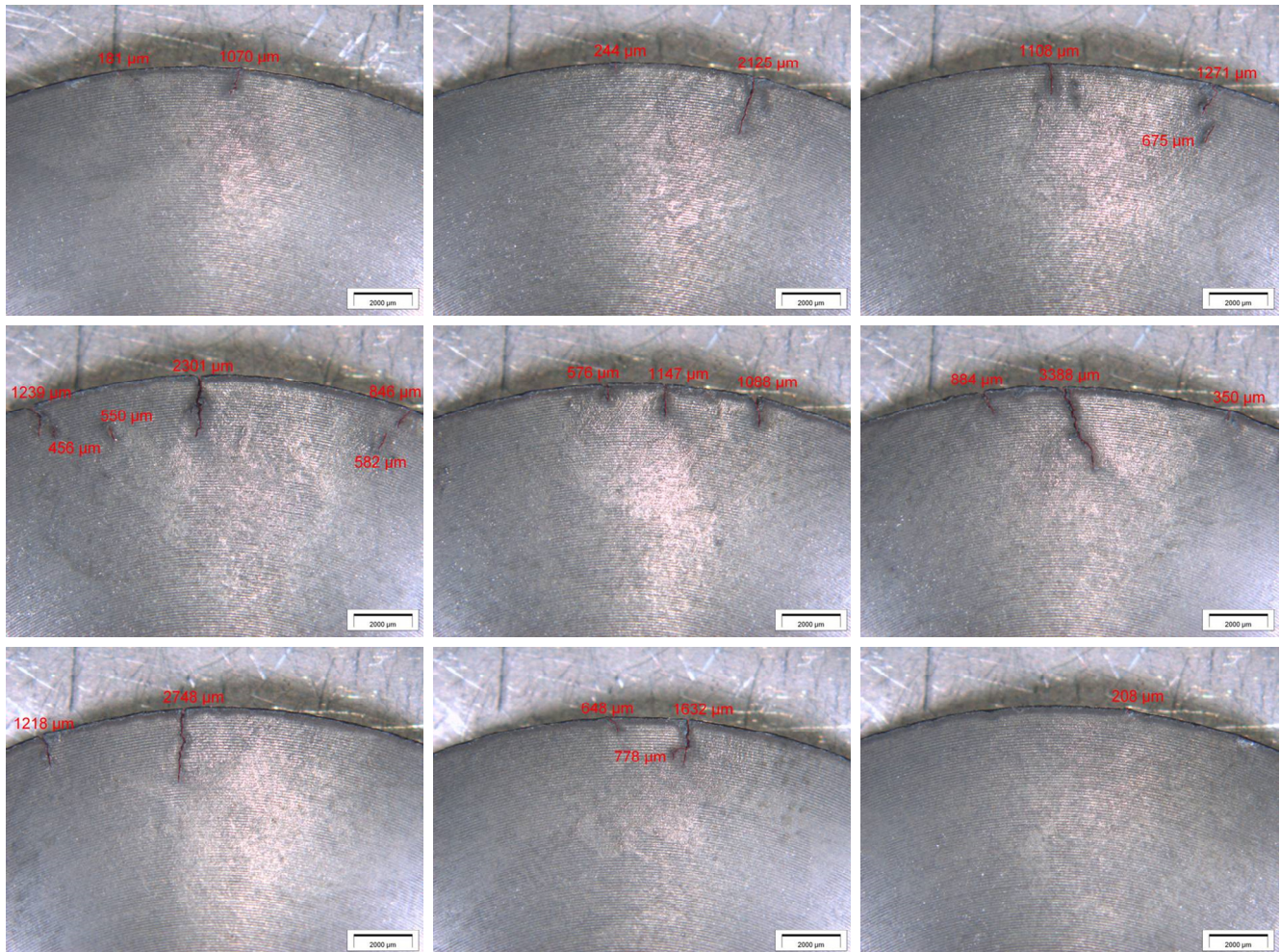
Durch erste Tests mit der in Abbildung 79 dargestellten Probengeometrie, die rotationssymmetrisch mit einem Durchmesser von 40 mm und einer Dicke von 5 mm aufgebaut ist, um ein richtungsunabhängiges optimales Eintauchen in den Ofen zu gewährleisten, wird festgestellt, dass bereits ab 50 Temperaturwechseln Risse zu sehen sind. In einem ersten Versuch werden diese mittels Risseindringverfahren unter UV-Licht detektiert.





**Abbildung 79: Probengeometrie für Temperaturwechselversuche, fluoreszierende Risseindringprüfung**

Jedoch ist eine eindeutige Messung der Zahl und Länge der Risse hier nur ungenau möglich. Im zweiten Schritt wird die Zyklenzahl der vergleichenden Versuche auf insgesamt 420 Zyklen mit einer Laufzeit von insgesamt 18 Stunden festgesetzt. Nach je 140 Zyklen wird der Versuch gestoppt und die Proben können begutachtet werden. Mit der Mikroskopie können in Abbildung 80 auch kleine Risse deutlich sichtbar gemacht werden; Länge und Anzahl sind exakt bestimmbar. Die komplette Oberfläche des Probenrandes wird dargestellt.

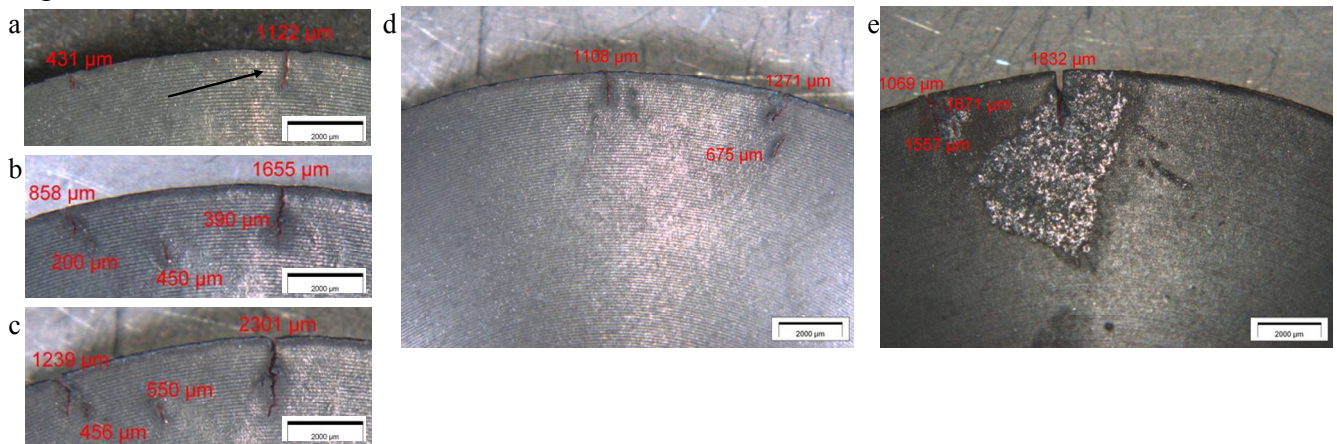


**Abbildung 80: D11 Rissanalyse nach 140 Zyklen mit Risslängen**

Neben Anzahl, Länge der Einzelrisse, der Gesamtlänge aller Risse und dem absolut längsten Riss kann auch der Rissfortschritt betrachtet werden, da eine Untersuchung nach jeweils 140, 280 und nach 420 Zyklen erfolgt. In diesem Beispiel wächst der Riss in Abbildung 81 a) von ca. 1100 µm auf ca. 2300 µm in c). Durch eine Zusammenstellung und Gewichtung der Ergebnisse ist es möglich, eine abschließende



objektive Bewertung zur Thermoschock-Beständigkeit abzugeben. Neben der Rissuntersuchung ist auch eine Aussage zum Oxidationsverhalten durch eine optische Betrachtung der Oberflächen möglich: d) und e). Um verwertbare Ergebnisse zu erhalten, ist es nötig, dass die Proben eine saubere, glatte und möglichst riefenfreie Oberfläche besitzen.



**Abbildung 81: D11 Risswachstum nach a) 140, b) 280, c) 420 Zyklen d) und e) Oxidation der Scheibenproben**

Welchen Einfluss die Oberfläche auf das Oxidationsverhalten hat, wird in Kapitel 5.3.2.3 näher betrachtet. Die größten Fehlerquellen sind hier die Oberflächenbeschaffenheit (z.B. Riefen und Rückstände), die Temperaturstabilität und die Beschaffenheit der Öfen. Die Ergebnisse der Rissuntersuchungen können nun mit den jeweiligen Werkstoffkennwerten verglichen werden, um die für die Thermozyklusbeständigkeit wichtigen Parameter zu bestimmen.

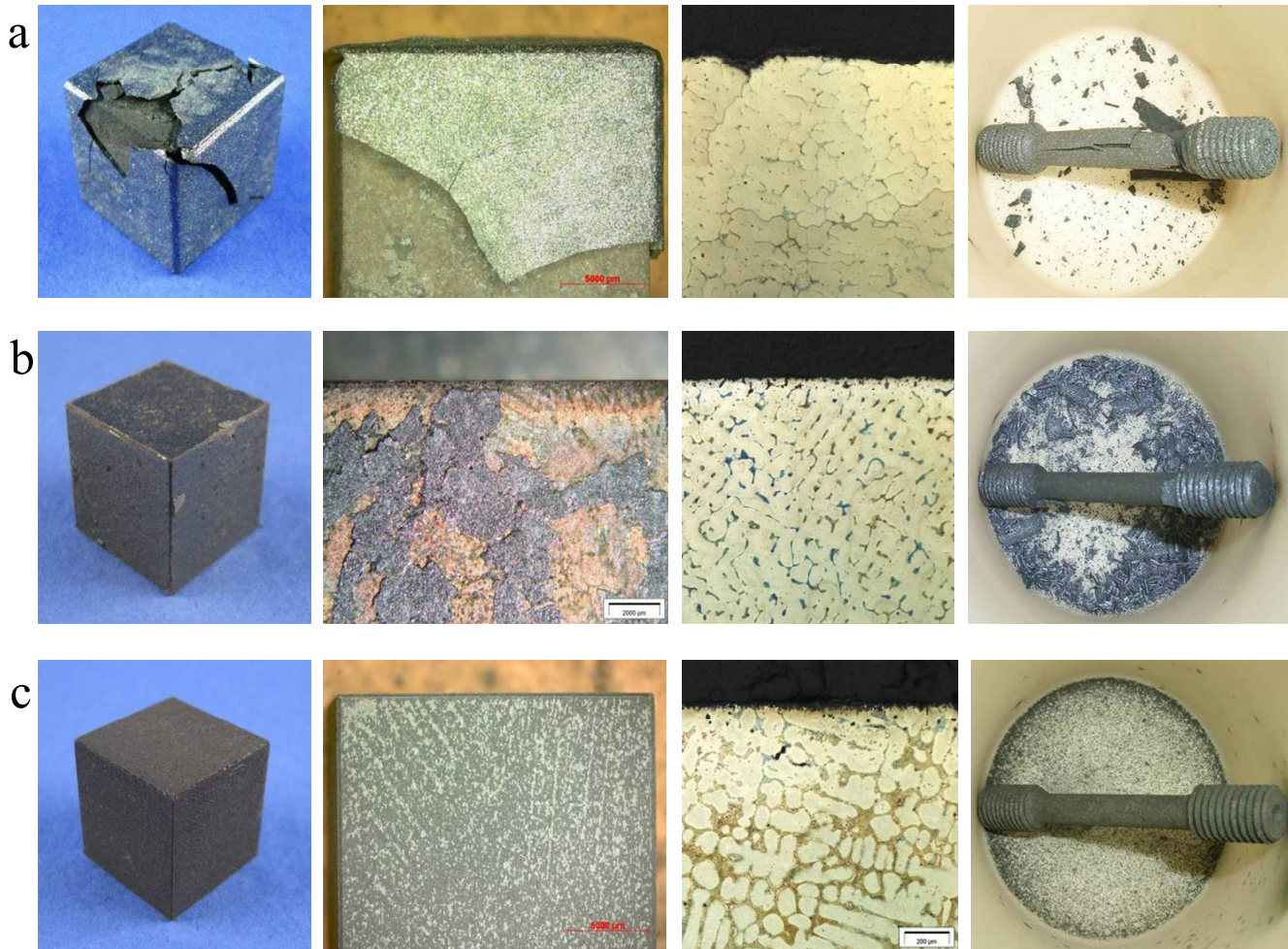
### 4.2.3 Oxidationsverhalten

Im dritten Teil der Werkstoffcharakterisierung werden die Abläufe und Parameter der Untersuchungen zum Oxidationsverhalten der verschiedenen Legierungen beschrieben. Auslagerungen und Thermogravimetrie-Messungen werden dazu verwendet, die Oxidation an Luft bzw. simuliertem Abgas zu überprüfen. Bei diesen Untersuchungen ergibt sich eine Vielzahl von Fehlerquellen, wobei die meisten am Ende in einer fehlerhaften Gewichtsbestimmung resultieren. Sowohl teils anhaftende Oxidationsprodukte, die sich mehr oder weniger von den Proben lösen, als auch Fremdpartikel können das Ergebnis stark verfälschen. Auch die atmosphärischen Bedingungen in den Auslagerungsöfen sind teilweise nicht genau bekannt und auch nicht konstant.

Das Oxidationsverhalten von Turbinengehäusen ist in Kapitel 5.4.2 näher beschrieben.

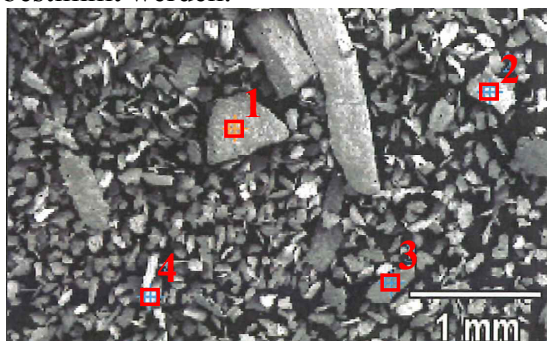
#### 4.2.3.1 Auslagerung

Die einfachste Versuchsdurchführung zum Oxidationsverhalten ist die Auslagerung von Proben an Luft. Zum Einsatz kommen Zugproben und Würfel. Die Auslagerung von Zugproben hat den Vorteil, dass diese im Anschluss durch einen Zugversuch hinsichtlich ihrer Versprödung untersucht werden können. Zum Einsatz kommt ein HTCT Hochtemperaturofen von Nabatherm, Lilienthal mit einer maximalen Temperatur von 1600°C. Unterschiedliches Abplatzverhalten bzw. unterschiedliche Oberflächen von Würfeln und Zugproben aufgrund von Oxidation sind in Abbildung 82 exemplarisch an drei Beispielen aufgeführt, wobei in diesem Falle die Oxidationsbeständigkeit von a) nach c) steigt.



**Abbildung 82: Erscheinungsformen der Oxidation an Würfeln und Zugproben a) D62, b) D36, c) D11**

Mittels REM und EDX-Analyse können die Bestandteile der Oxidationsrückstände in Abbildung 83 bestimmt werden.



Stelle	C	O	Al	Si	S	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
1	1,1	21,9	-	-	-	60,3	-	16,7	-	-
2	2,4	26,1	64,8	0,8	-	5,9	-	-	-	-
3	-	8,8	-	-	-	47,2	11,7	16,5	15,2	-
4	1,2	19,8	-	8,5	0,2	65,1	-	1,9	1,3	1,8

[Gew-%]

**Abbildung 83: D11 REM, EDX-Analyse Oxidationsrückstände**

Neben Abplatzungen und Veränderungen der Oberflächenstruktur (Abbildung 84 a) kann auch mittels Mikroskopie das Gefüge am Rand (b) untersucht werden. Sowohl Dicke und Gleichmäßigkeit als auch die Zusammensetzung der Oxidationsschicht bzw. der neu gebildete Gefügebestandteile sind von Interesse.



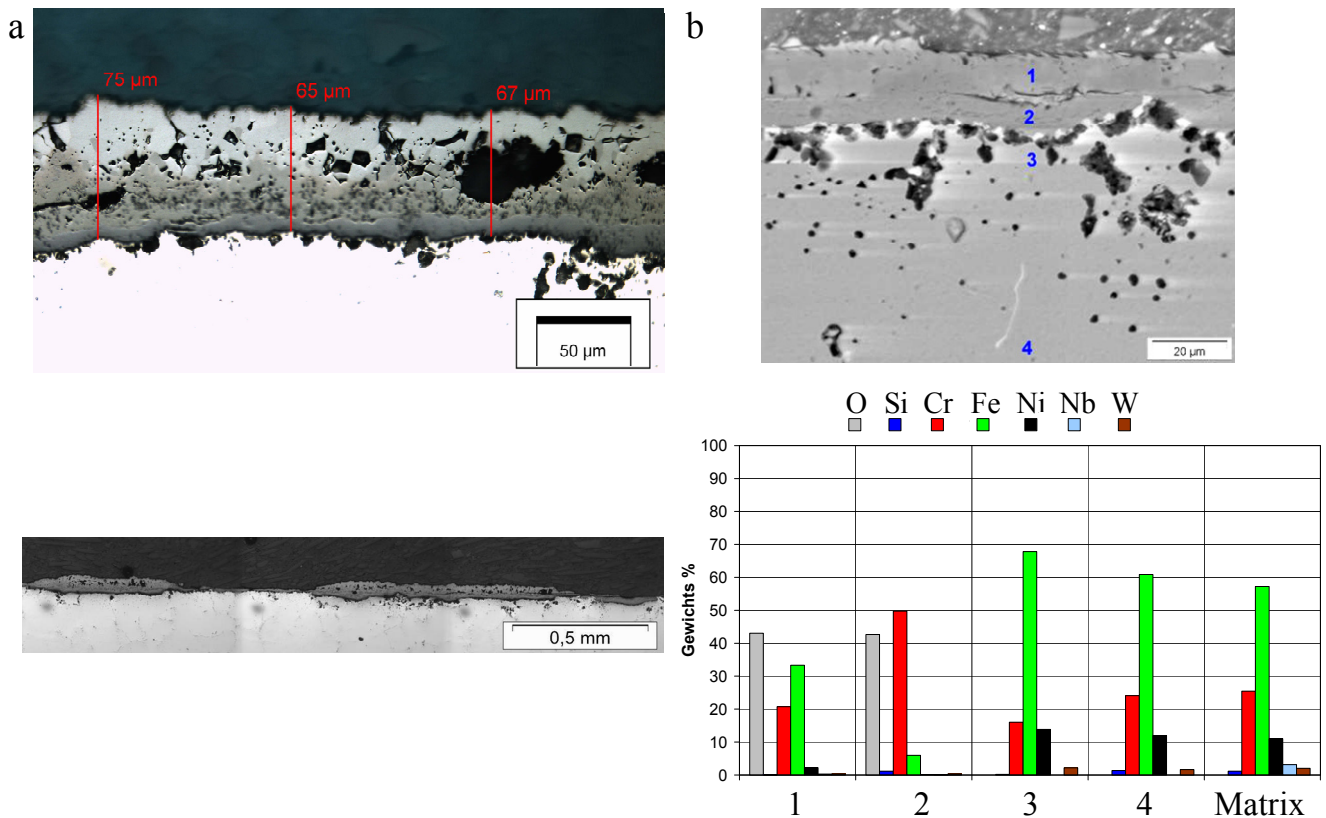


Abbildung 84: D11 Oxidschicht a) LM, b) REM / EDX

Die Bestimmung eines Gewichtsverlustes bzw. einer Gewichtszunahme erweist sich als problematisch, da durch das Abplatzen Probenmaterial teilweise verloren gehen kann. Außerdem steigt der Messfehler mit den verwendeten Laborwaagen bei sehr kleinen Gewichtsänderungen.

#### 4.2.3.2 Thermogravimetrie

Bei der thermogravimetrischen Analyse wird die Masseänderung in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit mit einer Mikrowaage gemessen. Bei einem Masseverlust ist mit Verdampfen, Sublimation, Zerfall oder Reduktion des Materials, bei einer Massezunahme mit Oxidation zu rechnen [Hemminger 89, Zimmermann 01]. Diese Versuche werden mit einem Gerät der Firma Netzsch bei Netzsch und der TU Dresden an definierten Atmosphären wie technischer Luft und simulierten Abgasbedingungen (1% O<sub>2</sub>, 13% H<sub>2</sub>O, 14% CO<sub>2</sub> und 72% N<sub>2</sub>) durchgeführt (Abbildung 85).

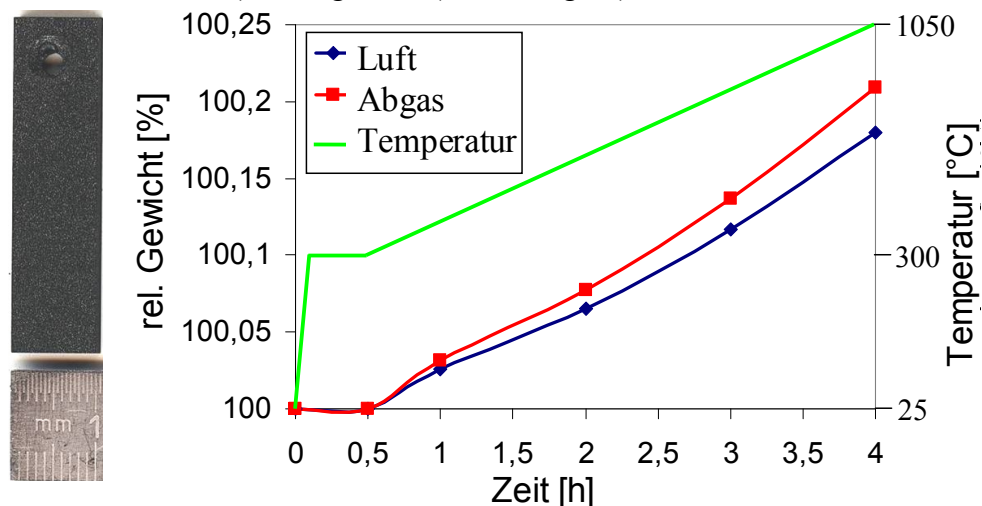


Abbildung 85: Probe D11, Thermogravimetrie an technischer Luft und simuliertem Abgas

Messungen erfolgen bis 1050°C bei einer Gewichtsauflösung von 100 ng. Die Einwaagen liegen in der Regel zwischen 5 und 20 g. Diese Methode stellt eine äußerst genaue Möglichkeit dar, Gewichtszunahme bzw. -abnahme zu untersuchen, da hier keinerlei Oxidationsprodukte verloren gehen können und die Waage für sehr kleine Gewichtsänderungen vorgesehen ist.

### 4.3 Bauteiluntersuchungen und Prüfstandsversuche

Die Gehäuse aus den verschiedenen Legierungen werden auf diversen Prüfständen getestet. Diese Versuche stellen die Validierung des Verhaltens des Werkstoffes unter Einsatzbedingungen dar. Dabei können Erkenntnisse zu Riss- und Oxidationsverhalten des Bauteils gewonnen werden. Bei der Verwendung der Werkstoffe im ATL-Gehäuse sind neben An- und Durchrissen durch Überlasten und thermomechanische Ermüdung auch Aspekte wie die Bildung einer Schutzschicht auf der Materialoberfläche und die Gefahr des Materialabtrags zu beachten. Dies führt im schlechtesten Fall zur Verringerung des tragenden Querschnitts sowie durch großflächiges Abblättern zur Zerstörung der Turbine und des Katalysators.

Es werden grundsätzlich zwei Möglichkeiten von Prüfstandsversuchen beschrieben. Erstens der Heißgasprüfstand (Abbildung 86 a), der einen realen Motorprüflauf simulieren soll, ohne den Motor selbst zu benötigen, und zweitens der Motorprüfstand in b), bei dem die Bauteillebensdauer mithilfe eines komplexen, gerafften Prüfzyklus durchfahren wird. Dieser wird für die Untersuchungen aufgrund seiner hohen Kosten und der geringen Verfügbarkeit nur bei einigen wenigen Legierungsvarianten zum Einsatz kommen.

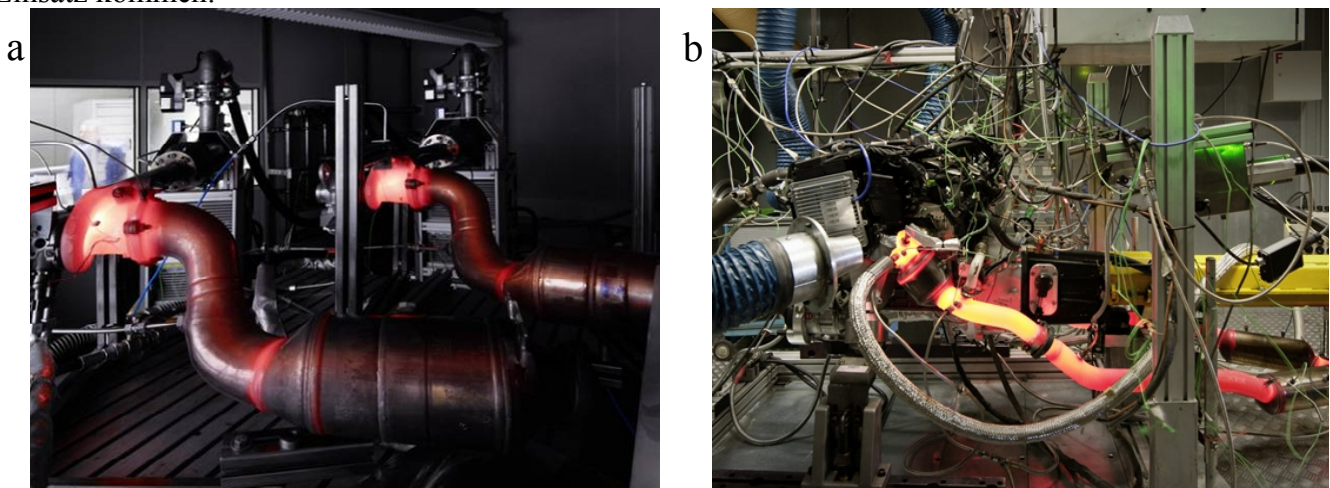


Abbildung 86: a) Heißgasprüfstand, Daimler Ulm, b) Motorprüfstand, Daimler Stuttgart

Während des Entwicklungsprozesses werden zusätzlich zu Gießsimulationen auch Festigkeitsberechnungen durchgeführt. Hier kommt das Softwarepaket ABAQUS® zur FEM-Berechnung zum Einsatz. Diese ist in folgende Abschnitte gegliedert: Preprocessing, Bauteilberechnung und Postprocessing. Als Preprocessor wird die Software MEDINA® verwendet. Das umschließt die Vernetzung mit quadratischen Tetraederelementen und den Modellaufbau. Das Netz wird an den kritisch einzuschätzenden Bereichen gezielt feiner gespannt, um die nötige Genauigkeit an diesen Stellen gewährleisten zu können. Zur Berechnung wird ein temperaturabhängiges Materialmodell verwendet, was folgende Kenngrößen beinhaltet: Dichte, Wärmeleitfähigkeit, Wärmekapazität, E-Modul, Verfestigung, Ausdehnungskoeffizient, sowie Kriechen vom Typ Norton. Die thermischen Randbedingungen aus den heiß-kalt Zyklen werden einer separat durchgeführten CFD-Analyse entnommen und in eine thermische Simulation überführt. In der nachfolgenden mechanischen Simulation wird das Temperaturfeld der thermischen Simulation eingelesen und die durch behinderte Wärmedehnungen resultierenden mechanischen Kenngrößen berechnet. Im Postprocessor können nun die kritischen Bauteilbereiche auf Basis von Schädigungsmodellen visualisiert werden [ABAQUS a, ABAQUS b]. Die thermische Belastung des Gehäuses und die Vernetzung ist in Abbildung 87 zu sehen.



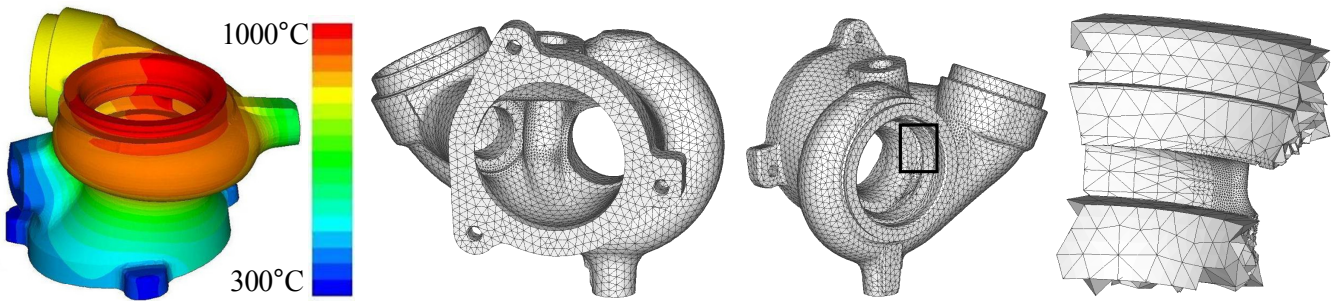


Abbildung 87: thermische Belastung, Vernetzung; ABAQUS®

Ergebnisse, insbesondere Kriechdaten, die im Laufe dieser Arbeit entstehen, können zur Entwicklung neuer Varianten von Turbinengehäusen aus dem neuen Werkstoff mittels Simulation verwendet werden. Die Prüfung am Heißgasprüfstand zyklisiert mit einer Gastemperatur zwischen 30°C und 1050°C mit einer Laufzeit von ca. 100 h. Es werden jeweils vier Gehäuse parallel mit identischen Parametern geprüft, um eine optimale Vergleichbarkeit für die spätere Rissuntersuchung zu gewährleisten.

Im nächsten Schritt muss das Ergebnis am Motorprüfstand durch den sogenannten „ATL-Extrem“ Dauerlauf, bei einer Abgastemperatur zwischen 250°C und 1050°C mit einer Laufzeit von ca. 200 h abgeglichen werden. Abbildung 88 zeigt den Mises-Spannungsverlauf über der Zeit und den transienten Temperaturverlauf im Bereich der „Zunge“ bei dieser Beanspruchungstemperatur.

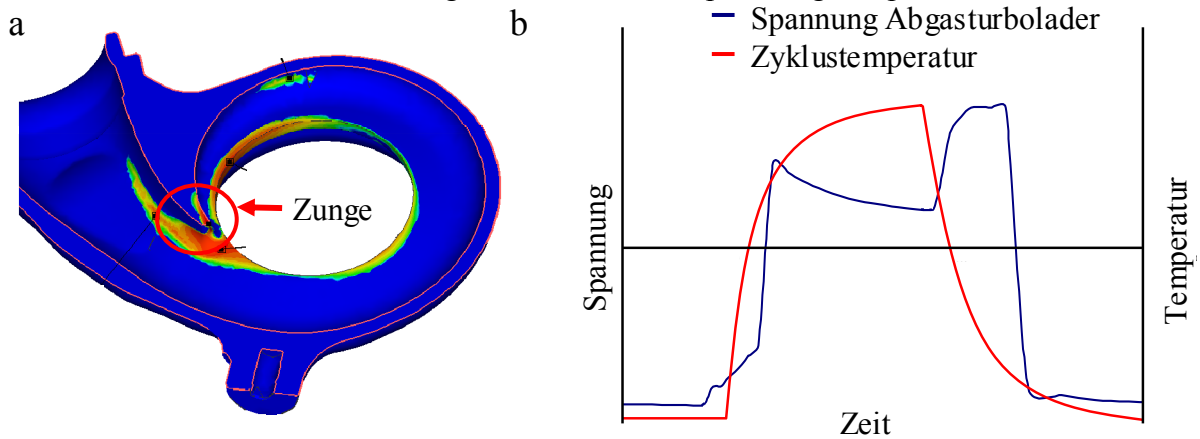


Abbildung 88: a) Simulation Zunge, b) Spannung und Temperaturzyklus Zunge; ABAQUS®

Durch den Vergleich der Simulation mit realen Prüfläufen ist es möglich, TMF-Risse und Dauerschwingrisse, die z.B. durch Eigenspannungen, Vibrationen des Motors und Torsion der Abgasanlage entstehen, voneinander zu unterscheiden.

Durch eine erste optische Begutachtung der Gehäuse nach einem Prüflauf werden Ablagerungen bzw. Oberflächenveränderungen und Ruß- bzw. Ölerschmutzungen bewertet. Besonders kritisch wäre ein Anstreifen des Turbinenrades an der Turbinenauflagefläche des Gehäuses, welches das Rad beschädigen könnte und zum Ausfall des Laders führt. Im rechten Bild der Abbildung 89 kann eine Volumenänderung der Auflagefläche zur Undichtheit der Wastegateklappe führen und deren Regelung beeinflussen.

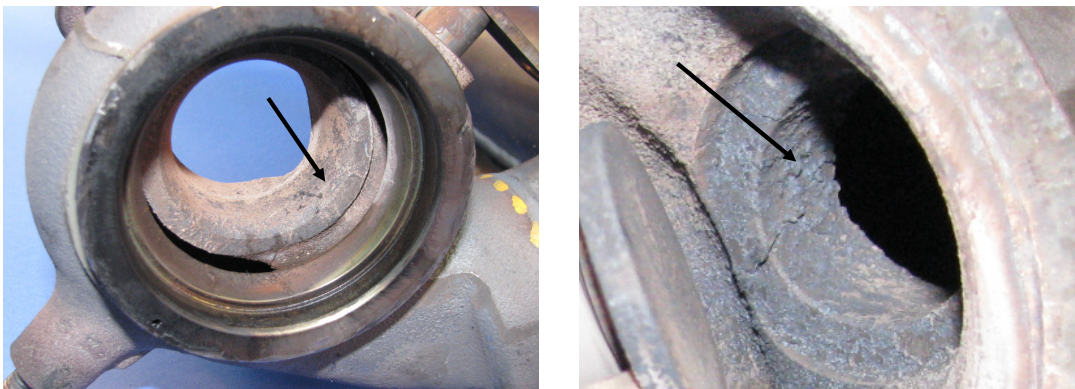
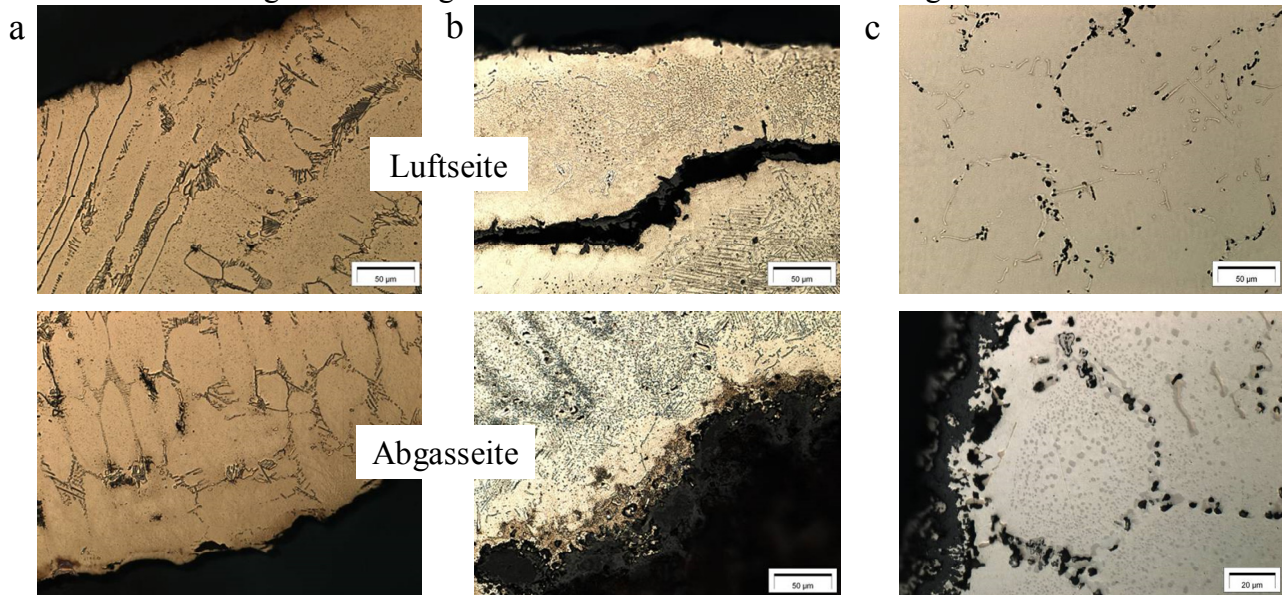


Abbildung 89: D11 Oxidation der Oberfläche, Motorprüfstand

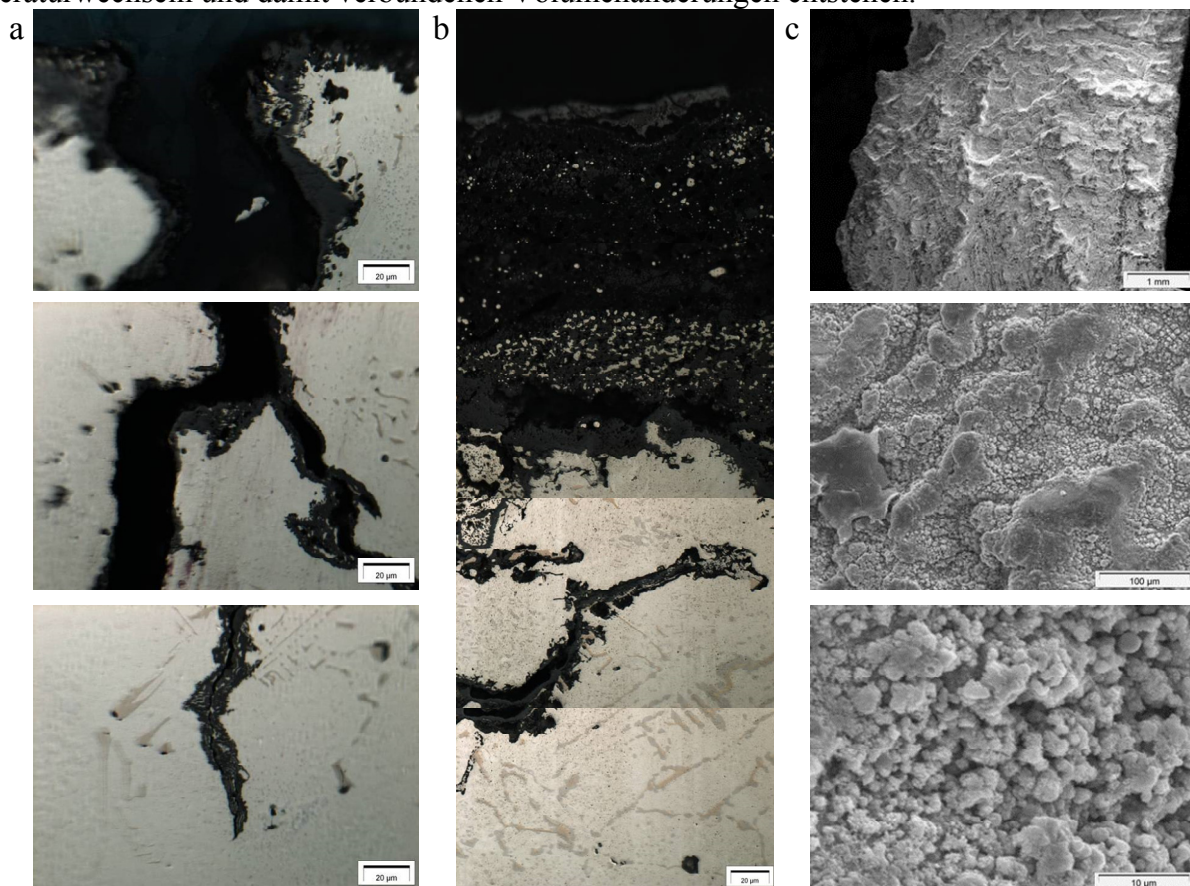


Der Einfluss von Gefügeveränderungen wird in den Schliffen in Abbildung 90 untersucht.



**Abbildung 90: D11 a) Gehäuse gegossen, b) Gehäuse nach Prüfstand, c) Entstehung Poren**

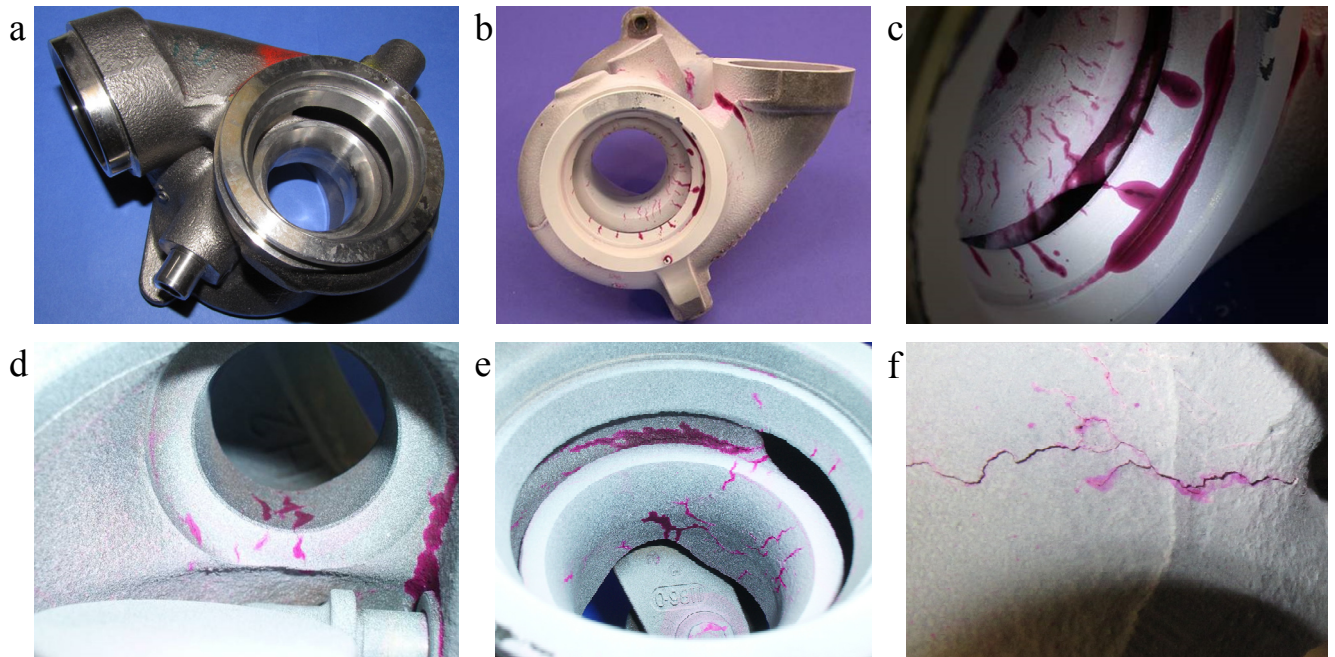
Während im gegossenen Zustand die Dendriten und die Ausscheidungen im zwischendendritischen Bereich am Rand noch klar zu sehen sind, ist dies im temperaturbeeinflussten Gefüge nicht mehr eindeutig möglich. Es kann zur Auflösung oder neuen Ausscheidung von Gefügebestandteilen kommen. Auch die Bildung und Anhäufung von Poren durch den Temperatur- bzw. Spannungseinfluss im zwischendendritischen Bereich kann zur Schwächung der Korngrenzen führen und Kriechrisse im Gefüge begünstigen. Durch die starke Oxidation innerhalb des Risses in Abbildung 91 ist es schwer zu erkennen, ob der Riss interkristallin oder transkristallin verläuft. Nach Lange [11] ist dieses Rissbild mit netzförmigen, zundergefüllten Rissen typisch für Wärmeschockrisse, die aufgrund von Temperaturwechseln und damit verbundenen Volumenänderungen entstehen.



**Abbildung 91: D11 Oxidation a) Riss, b) Oberfläche, c) Oberfläche im Riss**



Der wichtigste Teil dieser Bauteiluntersuchungen ist die Farbeindringprüfung nach [Norm c] in Abbildung 92. Sämtliche Risse und Durchrisse werden aufgezeigt und deren Einfluss auf das Bauteilverhalten bewertet. Innere Risse, besonders im Zungenbereich, können zu Materialabplatzungen führen, die das Bauteil beschädigen oder in ihrer Funktion beeinträchtigen. Durchrisse führen zum Verlust der Dichtheit und lassen das Bauteil ausfallen.



**Abbildung 92: D11 a) bearbeitetes Gehäuse, b) Farbeindringprüfung, c) Bereich Volute, d) Wastegate, e) Bereich Zunge, f) Durchriss Volute / Abgasaustritt**

Bei der Bewertung der Risse ist festzustellen, ob es sich einerseits um Schwingungsrisse handelt, die durch starre Einspannungen oder durch Oberflächenschädigungen bzw. innere Fehler mit einer lokalen Spannungskonzentration verursacht werden, oder ob andererseits thermisch induzierte Risse vorhanden sind, die durch Spannungen und unterschiedliche Ausdehnungsgradienten hervorgerufen werden. Sowohl Schwingungsrisse als auch thermisch induzierte Risse sind außerdem von den Werkstoffkennwerten und dem Verhalten des Werkstoffs bei den jeweiligen Einsatztemperaturen abhängig. Auch die Zähigkeit, als Maß für die Widerstandsfähigkeit gegen Rissinitiierung, Risswachstum und schließlich Bruch, bei dem besonders der plastische Bereich des Last-Verformungs-Diagramms eine Rolle spielt, ist ein aussagekräftiges Indiz zur Auswahl eines Werkstoffes für das Turboladergehäuse. Als besondere Erkenntnis können auch einige Turbinengehäuse aus realen Fahrzeugdauerläufen untersucht werden.

## **5 Darstellung und Diskussion der Ergebnisse**

Der erste Abschnitt dieses Kapitels gibt einen Überblick zu den Werkstoffen, welche aufgrund der fehlenden Eignung bei den beschriebenen Einsatzbedingungen verworfen werden müssen. Anschließend werden die untersuchten austenitischen Legierungen aufgeführt. Der Einfluss der Legierungselemente auf das Gefüge und das Temperaturverhalten der Werkstoffe wird beschrieben. Aufgrund deren Vielfalt und wegen den Anforderungen an das Turboladergehäuse (siehe Kapitel 2.2.1) erfolgt eine Eingrenzung auf austenitische Fe-Cr-Ni Stähle. Nicht jede vergossene Legierungsvariante wird ausführlich erörtert, trägt aber zum Verständnis der untersuchten Fragestellungen bei. Details wie z.B. die Eigenschaften des Austenits und der Einfluss von Art und Größe des Karbidnetzwerkes auf das Verhalten der Legierung werden beleuchtet. Im dritten Teil wird der detaillierte Aufbau des in dieser Arbeit entwickelten Werkstoffes bezüglich dessen Legierungselementen und des daraus resultierenden Gefüges im Vergleich zu anderen hier untersuchten Legierungen herausgearbeitet. Das Verhalten bei

Temperaturbeanspruchung auf Probenlevel wird untersucht. Bestandteile sind hierbei Gefügestabilität, Festigkeit bzw. Kriechen, thermische Ermüdung, Rissbildung und Oxidationsverhalten. Die Vorgehensweise zur Werkstoffentwicklung entspricht dem sogenannten Mikrostruktur-Ansatz. Dies bedeutet, dass die Auswahl und das nötige Verhalten des Gefüges auf den Randbedingungen des jeweiligen Einsatzgebietes beruhen [Shingledecker 07]. Diese müssen abgegrenzt und detailliert beschrieben werden, um eine differenzierte Aussage zum benötigten Gefüge treffen zu können. Insbesondere Fragestellungen wie z.B. der Verbleib des Stickstoffs im Gefüge werden betrachtet. Abschließend wird das Verhalten von einzelnen Gehäusen auf dem Heißgasprüfstand und von fertig aufgebauten Turboladern am Motorprüfstand aufgezeigt. Auch Ergebnisse zum Verhalten des Ziel-Werkstoffes beim Betrieb im Fahrzeug, wo die reale Kombination aus thermischen, mechanischen und korrosiven Beanspruchungen vorhanden ist, werden dargestellt.

## 5.1 Bewertung Nichtaustenite und Sonderstähle unter Temperaturbeeinflussung

Die Werkstoffe, die nicht hauptsächlich aus den Elementen Eisen, Nickel und Chrom bestehen, keinen austenitischen Aufbau besitzen oder auch Werkstoffe, die nicht in Kapitel 5.2. näher beschrieben werden, sind im Folgenden zusammengefasst. Dies beinhaltet zwei Ferrite, einen Duplex-Stahl, ein Gusseisen mit Kugelgraphit, ein austenitisches Gusseisen mit Kugelgraphit, eine Nickelbasislegierung, Aluminium-Eisen Legierungen und hoch manganhaltige Stähle. Es werden die Eigenschaften beschrieben, die diese Werkstoffe für die Anwendung im Turboladergehäuse als ungeeignet erscheinen lassen, wie z.B. ungenügendes Kriechverhalten, Sprödigkeit bzw. Versprödung bei Temperatureinfluss, hoher Preis oder eine vorausgehende, für den Einsatz nötige Auslagerung. Referenzwerkstoff ist jeweils die Serienlegierung D11 (GX40NiScSiNb38-19). Tabelle 22 zeigt die in dieser Kategorie untersuchten Legierungen mit den wichtigsten Kriterien für deren Ausscheiden. Die genaue Zusammensetzung der Werkstoffe wird im jeweiligen Abschnitt aufgeführt.

**Tabelle 22: Übersicht Nichtaustenite**

Beschreibung	Bezeichnung	Nummer	Kriterium für Ausscheiden
Gusseisen mit Kugelgraphit	GJS-SiMo	D64	Kriechbeständigkeit Oxidationsbeständigkeit Gefügestabilität
austenitisches Gusseisen mit Kugelgraphit	D5S	D63	Kriechbeständigkeit Oxidationsbeständigkeit Gefügestabilität
Ferrite	Nr. 1.4931 Ferrit 1, Ferrit 2 m6	D61, D62	Kriechbeständigkeit Oxidationsbeständigkeit
Duplex-Stahl	Nr. 1.4823	D1	Kriechbeständigkeit
Nickelbasislegierung	Nr. 2.4671	D65	Kosten Gießbarkeit
Aluminium-Eisen Legierungen	DM4.1, DM4.2, DM5, DM5a, DM5b	D25, D26, D27, D28, D29	Gießbarkeit Kriechbeständigkeit Festigkeit
hoch manganhaltige Stähle	DM2.1, DM2.1a, DM2.1b, DM2.1c, DM2.1 1, DM2.1 2, DM2.1 3, DM3.1, DM4.1, DM4.2	D20, D21, D22, D23, D24, D25, D26	Gießbarkeit Kriechbeständigkeit Festigkeit

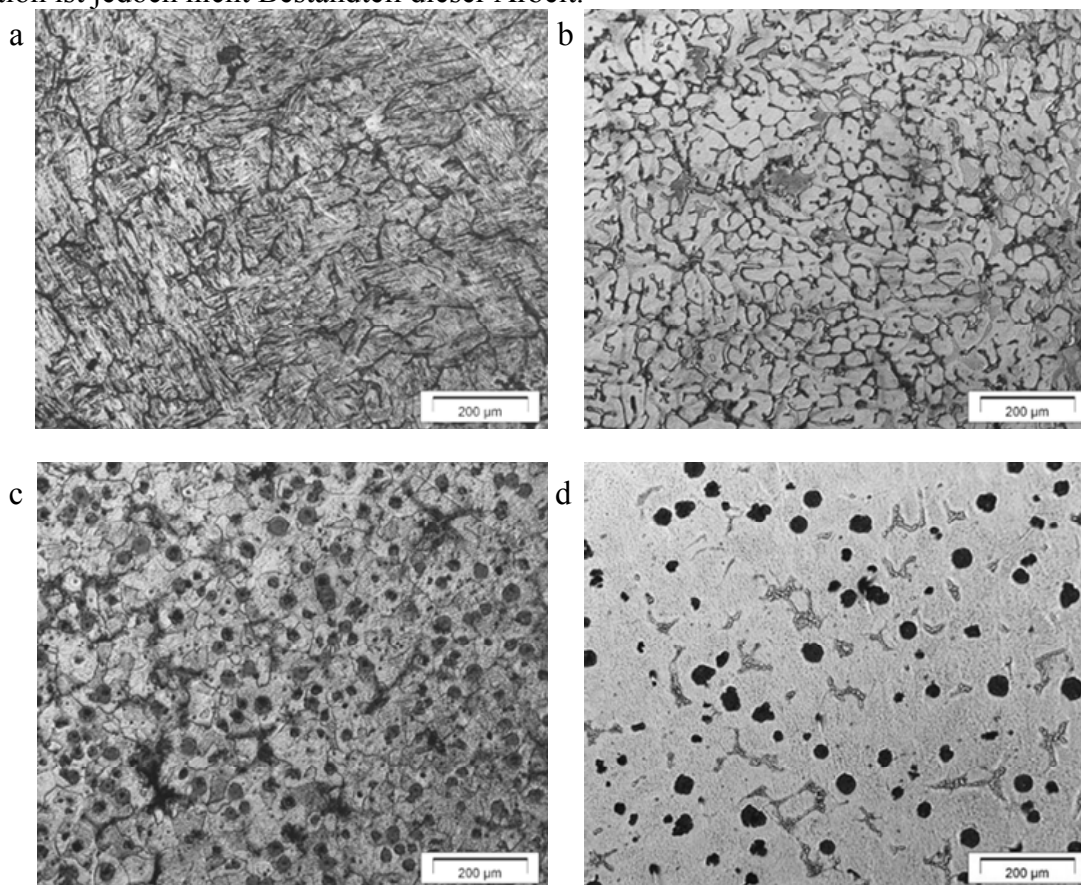
Die Schwachstelle von Ferriten und Werkstoffen mit großem Ferritanteil stellt allgemein die sogenannte Ferrit-Austenit Umwandlung und die damit verbundene Volumenänderung dar. Dies resultiert in einem katastrophalen Werkstoffversagen. Aufgrund der Umwandlungstemperaturen bzw. maximalen Anwendungstemperaturen aus Kapitel 2.2.2 lässt sich nicht sagen, ob diese Werkstoffe in Zukunft

durch weitere Modifikationen ihre Umwandlungstemperatur weit genug nach oben verschieben können, um sie bei den hier geforderten Temperaturen einzusetzen. Untersucht werden zwei Ferrite (D61, D62) und ein ferritisches Gusseisen mit Kugelgraphit (D64). Auch ein austenitisches Gusseisen mit Kugelgraphit (D63) ist in dem Vergleich aufgeführt.

**Tabelle 23: Zusammensetzung D61 - D64**

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D61	0,67	12,09	<b>0,17</b>	-	-	-	-	0,59	-	1,11 Mo, 0,3 V
D62	1,81	17,2	<b>0,41</b>	1,96	0,39	1,54	-	0,42	-	-
D64	-	-	<b>3,16</b>	-	4,06	-	-	-	-	0,91 Mo, 0,37 Mg
D63	<b>34,23</b>	1,73	<b>1,79</b>	-	4,4	-	-	0,76	-	0,11 Mg

D63 ist den Stählen im Bereich Festigkeit und Kriechbeständigkeit bei hohen Temperaturen weit unterlegen (siehe Tabelle 24 und Abbildung 95). Abbildung 93 zeigt das Gefüge dieser Werkstoffe. Das Kugelgraphitnetzwerk dient bei D64 bzw. D63 als bevorzugter Pfad des Risswachstums. Alle Werkstoffe weisen ein dendritisches Grundgefüge auf, unterscheiden sich aber stark im interdendritischen Bereich. Es werden ausschließlich bereits bekannte Legierungen bewertet. Deren Modifikation ist jedoch nicht Bestandteil dieser Arbeit.



**Abbildung 93: a) D61, b) D62, c) D64, d) D63**

Abbildung 93 c) zeigt D64 mit den Bestandteilen Ferrit, Graphitkugeln in der Ferritmatrix, Molybdänkarbiden und einem Rest an Perlit. Dieser Rest sollte maximal 10% betragen, da Perlit thermodynamisch auch bei relativ niedrigen Temperaturen instabil ist. Silizium erhöht die Oxidationsbeständigkeit, die Ferrit-Austenit Umwandlungstemperatur und die Festigkeit, Molybdän die Warm- und Kriechfestigkeit [Kallen 01]. Das Schliffbild von GX23MoV12-1 und die  $M_s$ -Temperatur von ca. 300°C aus Formel 5 lässt Martensit bei D61 in a) als Gefügebestandteil vermuten. Bei D62 liegt diese Temperatur bereits bei ca. 100°C und deshalb ist kein bzw. wenig Martensit vorhanden. Die Ergebnisse der Zug- bzw. Kriechversuche werden im Vergleich zu D11 dargestellt. Als Grundlage der Vergleiche zeigt Abbildung 94 Zugversuche von D11 im Bereich von Raumtemperatur bis 1050°C.

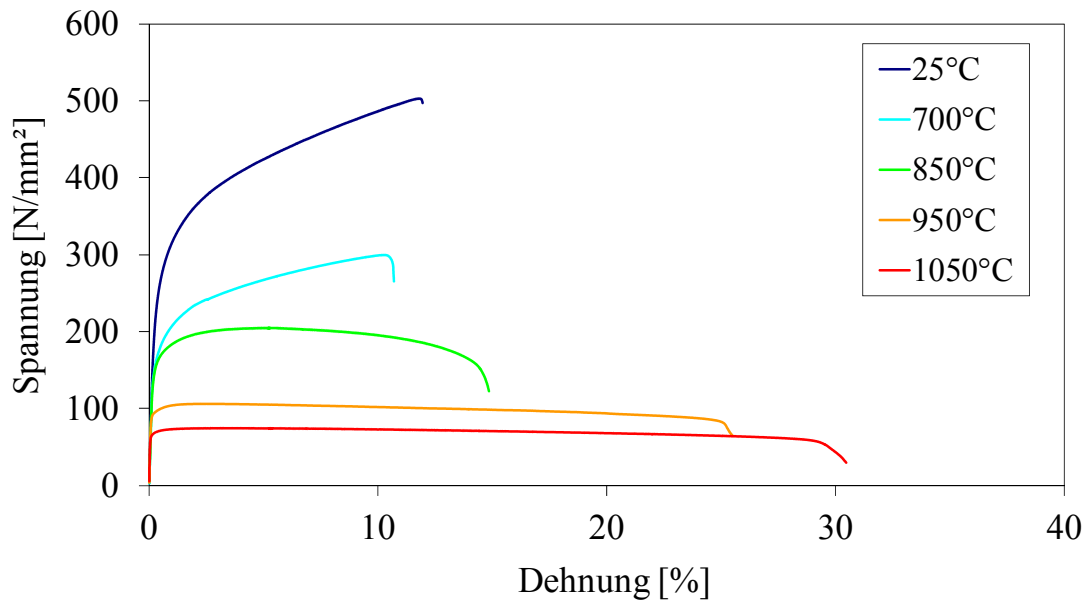


Abbildung 94: D11, Übersicht Zugversuche

Die Schwankungen im Dehnungsvermögen sind in der Inhomogenität des Gussgefüges begründet. Die Festigkeiten und das Kriechverhalten sind in Tabelle 24 respektive in Abbildung 95 zu sehen. Während D11, wie auch D63, aufgrund der austenitischen Struktur bei Raumtemperatur eher geringe Festigkeiten aufweisen, fällt  $R_m$  bzw.  $R_{p0,2}$  besonders im Hochtemperatur-Bereich weniger stark ab als bei D62 und D64. D61 und D62 zeigen jedoch bei Raumtemperatur eine äußerst geringe Bruchdehnung. Zu beachten ist hier zusätzlich, dass in der kurzen Versuchsdauer Oxidationseinflüsse eine untergeordnete Rolle spielen. Die Daten in Tabelle 24 werden den jeweiligen Zugversuchs-Diagrammen entnommen.

Tabelle 24: Ergebnisse Zugversuche

Werkstoff	Temp [°C]	$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	E [kN/mm <sup>2</sup> ]	$A_g$ [%]	A [%]
D11	25	479	260	131	10	10
D61		1091	923	190	1	1
D62		1162	920	186	1	1
D63		464	200	186	32	32
D64		630	490	160	7	7
D11	700	338	169	n/a		
D61		345	293			
D62		319	244			
D63		202	158			
D64		89	85			
D11	850	183	154			
D61		103	90			
D62		118	85			
D63		91	91			
D64		34	33			
D11	950	109	99			
D61		102	92			
D62		80	63			
D63		54	53			
D64		-	-			

D61 erreicht bei 950°C eine ähnlich hohe Zugfestigkeit im Vergleich zu D11. Besonders hier müssen weiterführende Oxidationsversuche betrachtet werden. D64 zeigt jedoch bereits bei 850°C Zugfestigkeiten kleiner 50 N/mm<sup>2</sup>. Auf vergleichende Zugversuche bei 1050°C wird aufgrund von im Anschluss folgenden Ergebnissen bei diesen Legierungen verzichtet. Der austenitische Stahl D11 weist mit 131 kN/mm<sup>2</sup> den geringsten E-Modul dieser Versuchsreihe auf.



Bereits bei 700°C weisen alle Werkstoffe im Vergleich zu D11 eine deutlich geringere Kriechbeständigkeit auf (Abbildung 95). D64 und D63, die Werkstoffe mit Kugelgraphit, versagen bereits in der ersten bzw. zweiten Stufe des hier verwendeten Kriechversuches.

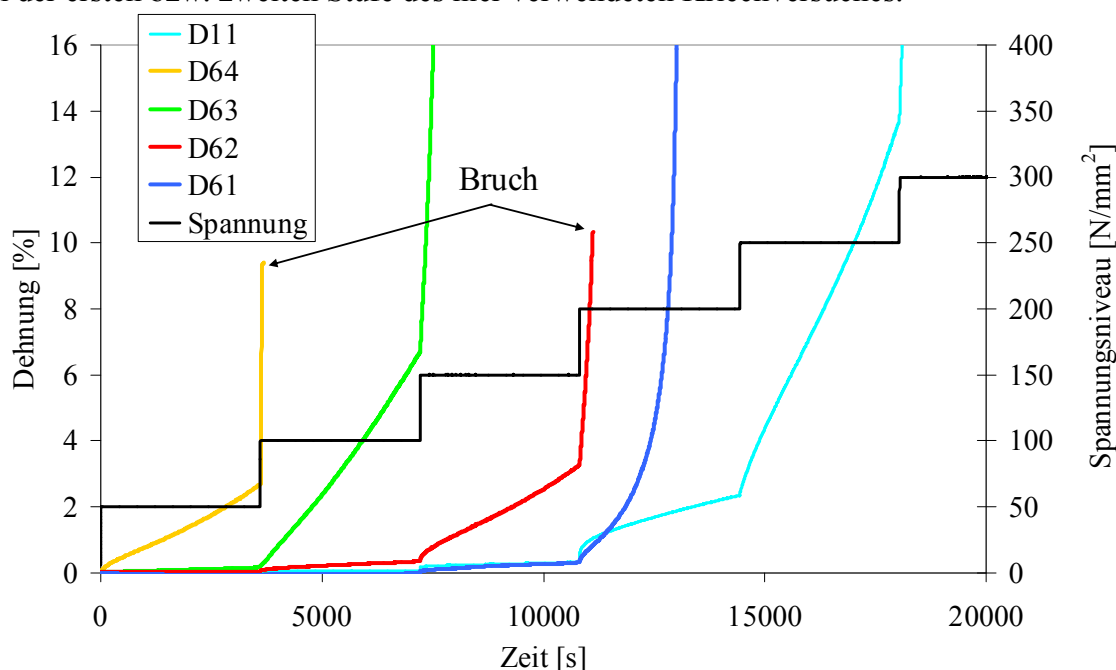


Abbildung 95: Übersicht Kriechversuche 700°C; D11, D61-D64

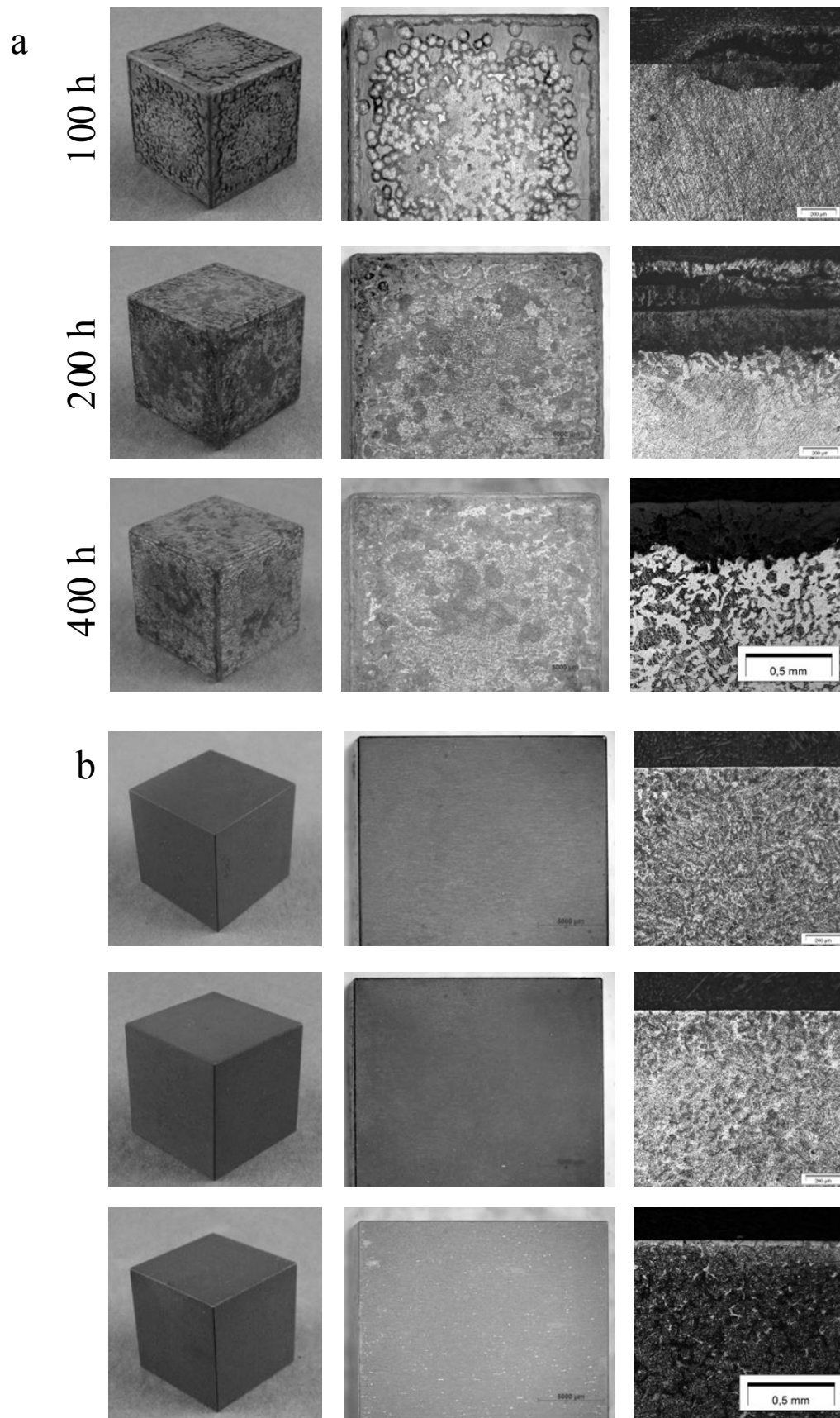
Aus dem Diagramm können die Steigungen bzw. Kriechraten der jeweiligen Stufen ermittelt werden. Die markierten Steigungen (Tabelle 25) sind nur ungenau auswertbar, da sich der Werkstoff hier nicht mehr im sekundären Kriechbereich befindet bzw. teilweise in dieser Stufe bereits versagt.

Tabelle 25: Steigungen Kriechversuche bei 700°C

	Stufen [N/mm <sup>2</sup> ]	50	100	150	200	250
D11	Steigungen [%/s]	0	0	3,00E-05	0,0004	0,003
D61		0	0	6,00E-05	0,0014	-
D62		0	6,00E-05	0,0007	0,0188	-
D64		0,0007	-	-	-	-
D63		0	0,0017	-	-	-

Während in diesem Versuch bei 700°C D61 erst in der vierten Stufe versagt und auch in der Kriechrate in Stufe 3 den Steigungsbereich der Legierung D11 erreicht, muss hier insbesondere die Oxidation in den nächsten Versuchen betrachtet werden. Auf Kriechversuche bei höheren Temperaturen wird verzichtet, da die Einflüsse der Oxidation zunehmen und diese Werkstoffe bei höheren Temperaturen in ihrer Beständigkeit stark nachlassen. Teilweise besteht die Gefahr, dass die sich durch Oxidation verändernden Proben die Halterungen der Versuchsaufbauten beschädigen könnten.

Vergleichbar zu den Kriecheigenschaften gibt es auch bei der Oxidationsbeständigkeit klare Unterschiede, die mittels einer Auslagerung von bis zu 400 h bei 850°C untersucht werden. D61 in Abbildung 96 weist bereits nach 100 h dicke Oxidationsschichten auf, die zu einer deutlichen Volumenvergrößerung der Probe führen. Im Gegensatz dazu sind bei D62 lediglich Oberflächenverfärbungen zu sehen, was auf eine gute Oxidationsbeständigkeit bei 850°C schließen lässt. Natürlich sind aufgrund dieser Versuche keine Aussagen bezüglich der Langzeitwirkung bei Auslagerungen von mehr als 400 h zu treffen.



**Abbildung 96: Oxidation bei 850°C a) D61, b) D62**

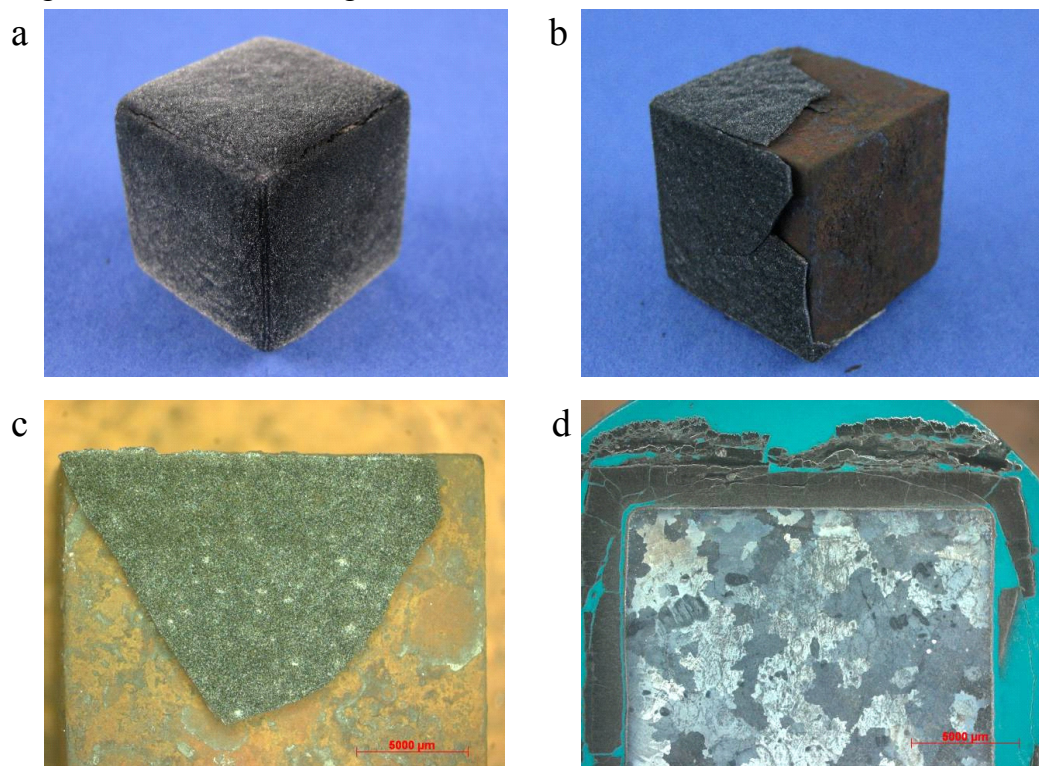
Dieses Ergebnis lässt sich mit dem deutlichen Unterschied im Chromgehalt der beiden Legierungen korrelieren. Im Vergleich zu D61 ist bei D62 mit 17 Gew.-% Chrom der Chromgehalt ca. 5% höher. D61 zeigt bei einer Auslagerungstemperatur von 1050°C eine Gefügewandlung in zwei Lagen

(Abbildung 97). Diese spröden Schichten lassen sich sehr leicht ablösen und führen zu einer drastischen Reduzierung des Probenquerschnitts.



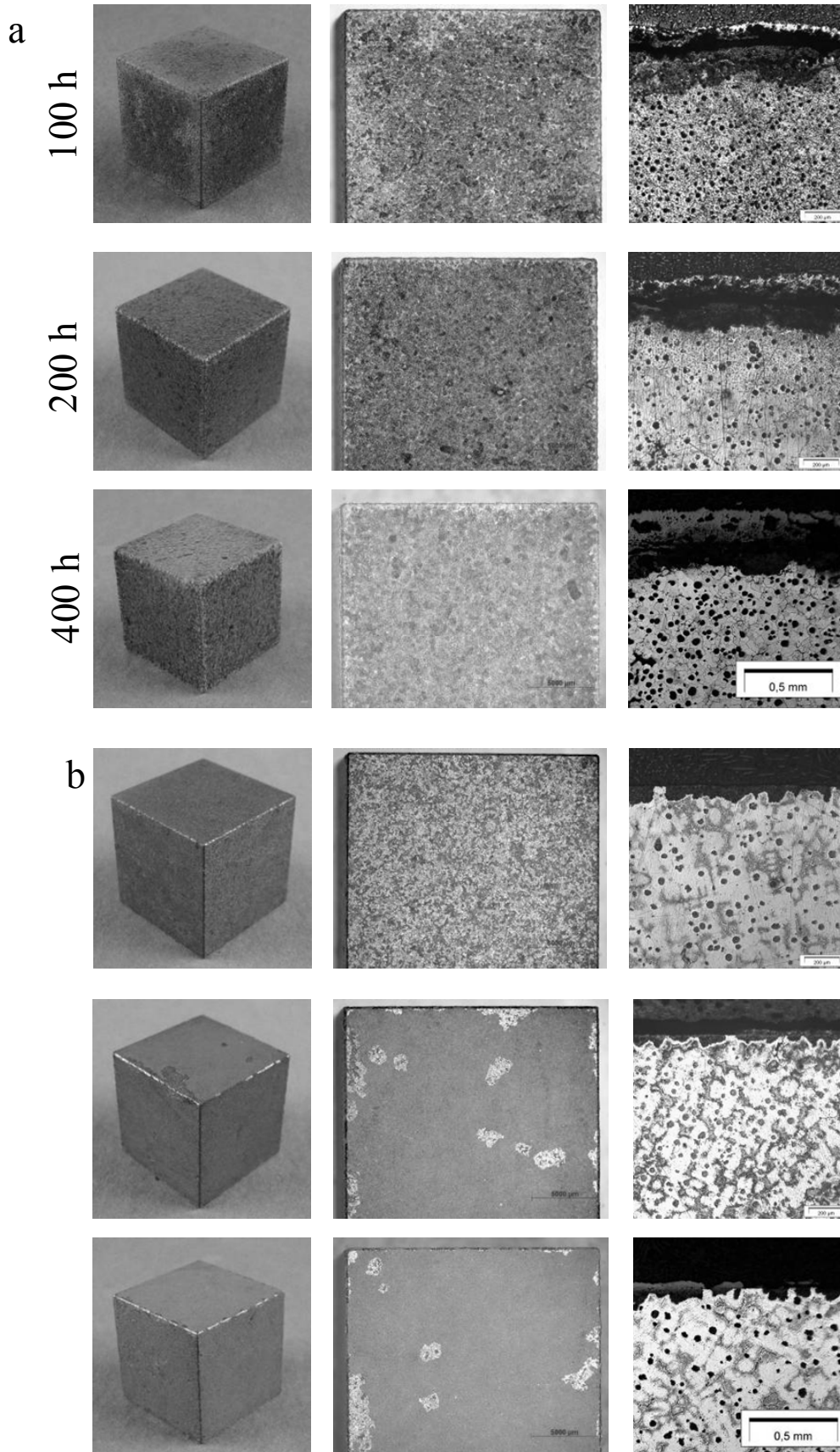
**Abbildung 97: D61: Auslagerung 1050°C 200 h a) Schliff, b) Zugprobe**

Auch D62 in Abbildung 98 ist bei 1050°C nicht mehr temperaturbeständig. Hier kommt es zur Bildung dicker Oxidschichten, die bereits beim Abkühlen der Probe von der Oberfläche abplatzen und somit zu einer deutlichen Reduzierung der Materialstärke führen. Diese gravierenden Gefügeveränderungen würde eindeutig zum Ausfall eines Abgasturboladers im Betrieb führen.



**Abbildung 98: D62 Auslagerung 400 h 1050°C**

Als Werkstoffe mit Kugelgraphit sind in Abbildung 99 die Oxidationsproben von D64 und D63 bei 850°C dargestellt. Bereits nach 100 h ist bei dem Werkstoff D64 mit ferritischer Matrix eine deutliche Oxidschicht zu beobachten, die mit der Zeit stark anwächst.

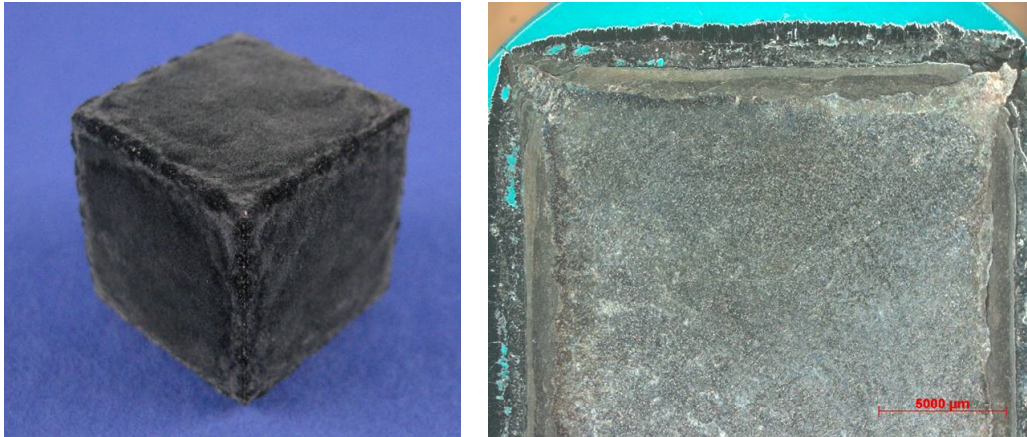


**Abbildung 99: Oxidation bei 850°C a) D64, b) D63**

Auch D63 mit einer austenitischen Matrix weist nach 400 h bei 850°C eine sichtbare Oxidschicht auf, die durch Veränderungen der Oberfläche erkennbar ist. Sich mit der Zeit bildende Oxidschichten platzen ab und bilden sich anschließend wieder neu.

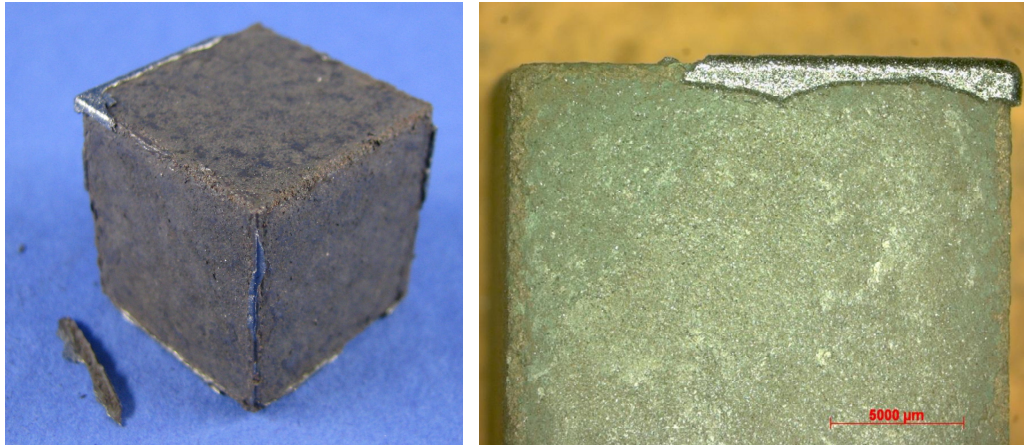


Eine deutliche Zunahme der Oxidbildung zeigt sich bei 1050°C. D64 in Abbildung 100 bildet unterschiedliche, dicke Oxidschichten, die auch nach dem Abkühlen auf der Oberfläche haften bleiben. Während die inneren Schichten im Schliff dicht erscheinen, sind die Äußeren porös.



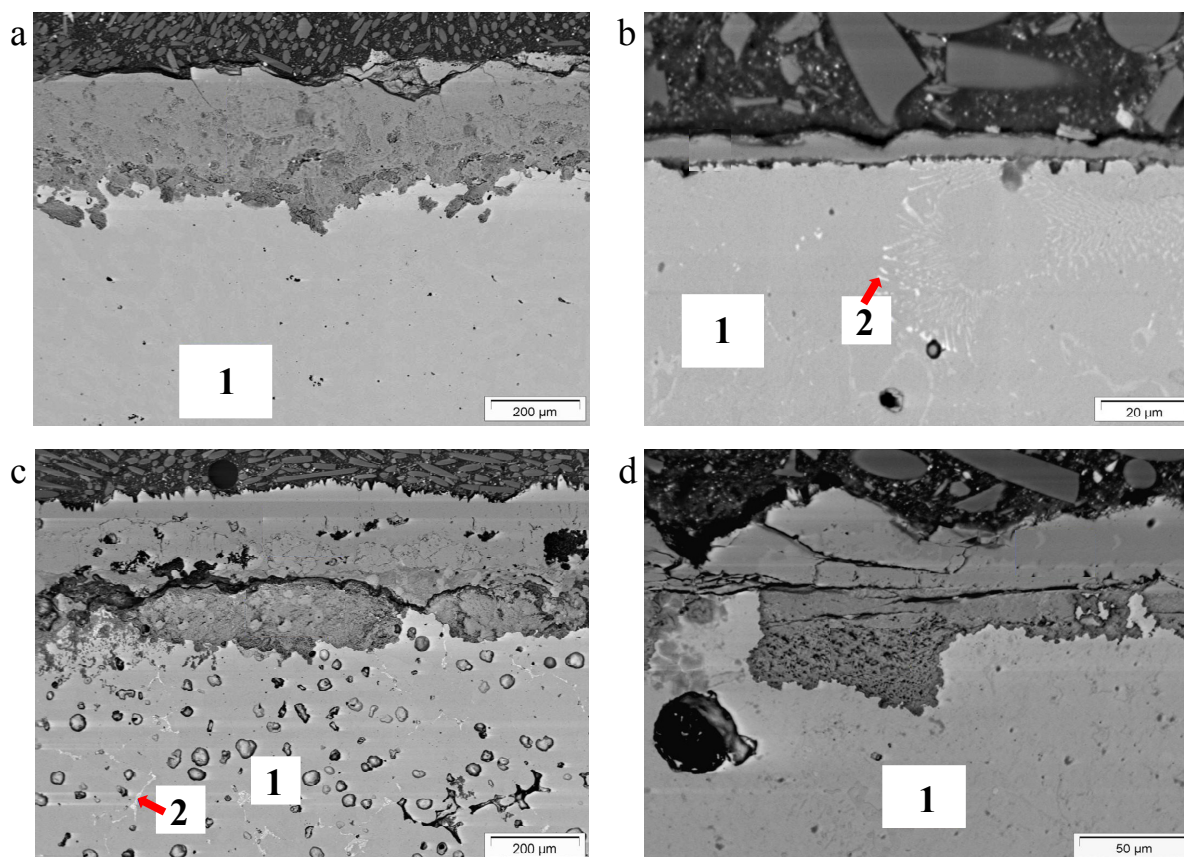
**Abbildung 100: D64, ausgelagert 1050°C 400 h**

D63 bildet bei 1050°C eine äußerst spröde, metallisch glänzende, dicke Oxidschicht, die fast vollständig vom Würfel abplatzt (Abbildung 101). Die Dicke dieser Schicht liegt im Bereich von einigen Millimetern.



**Abbildung 101: D63, ausgelagert 1050°C 400 h**

Die Zusammensetzung des Matrixgefüges und der Oxidschichten kann mittels REM und EDX festgestellt werden. Die beteiligten Gefügebestandteile werden anschließend mit den Gleichgewichts-Phasen, die mittels Gefügesimulation ermittelt werden, verglichen. In der Simulation werden die Phasen dargestellt, die bei 850°C stabil sind. Abbildung 102 zeigt die Schliffe der vier zu vergleichenden Legierungen nach einer Auslagerung von 400 h bei 850°C im REM.



**Abbildung 102: REM Auslagerung 400 h 850°C; a) D61, b) D62, c) D64, d) D63**

Während D61 in der Simulation bei Luft einen zweiphasigen Aufbau aufweist (Tabelle 26), ist das Matrixgefüge im Schliff ausschließlich ferritisch. Im Gleichgewicht sind etwa 3% Karbide in der Form von FeCr Mischkarbiden vorhanden. Austenit und Ferrit sind im Gleichgewicht kaum zu unterscheiden, jedoch besitzt Austenit ein höheres Lösungsvermögen für Kohlenstoff. Der Bestandteil Austenit ist bei Raumtemperatur instabil und lässt sich deshalb im realen Gefüge nicht finden.

**Tabelle 26: EDX-Analyse und Phasensimulation D61, Angaben in Gew.-%**

EDX-Analyse										
Stelle		Fe	Cr	Ni	C	O	Si	Mn	Mo	V
1		83	12,7	0,6	-	-	0,4	0,5	1,3	0,4
Simulation 850°C										
Phase	Anteil	Fe	Cr	Ni	C	O	Mn	Si	Mo	V
1 Austenit	~ 61,9 %	86,3	11,2	0,8	0,1	-	0,7	-	0,7	0,2
2 Karbid	~ 2,9 %	32,1	59,6	-	5,3	-	0,2	-	0,2	-
3 Ferrit	~ 35,2 %	85	12,57	0,4	-	-	-	-	1,2	0,4

Im Vergleich zu ca. 35% Ferrit bei 850°C aus Tabelle 26 besteht das Gefüge bei D61 bis knapp unter 800°C zu über 95% aus einer ferritischen Phase. Bei höheren Temperaturen findet eine Gefügeumwandlung in Richtung Austenit statt, die zu Ausdehnungen und Spannungen führt.

Auch bei D62 zeigt sich bei tiefen Temperaturen ein steigender Anteil an ferritischem Gefüge, das bei 850°C bereits nicht mehr stabil ist. Es findet eine Umwandlung der ferritischen Phase in die austenitische Phase statt. Deshalb zeigt die Simulation bei beiden Werkstoffen ein Duplex-Gefüge an. Der Schliff erscheint jedoch noch einphasig. Die Karbide bei D62 in Tabelle 27 teilen sich in ca. 2% Niobkarbide und ca. 5% Chrom-Eisen Mischkarbide auf.



**Tabelle 27: EDX-Analyse und Phasensimulation D62, Angaben in Gew.-%**

EDX-Analyse										
Stelle		Fe	Cr	Ni	C	O	Si	Mn	W	Nb
1		80	15,6	1,3	-	-	0,2	0,1	2,2	0,5
2		1,1	1,2	-	12,2	-	-	0,1	0,1	85,3
Simulation 850°C										
Phase	Anteil	Fe	Cr	Ni	C	O	Mn	Si	W	Nb
1 Austenit	~ 42,7 %	81,6	13,9	2,6	-	-	0,5	0,3	1	-
2 Karbid 1	~ 1,8 %	-	0,3	-	10,7	-	-	-	0,2	88,8
3 Karbid 2	~ 4,6 %	21,2	58,9	0,1	5	-	0,4	-	14,2	-
4 Ferrit	~ 50,9 %	78,8	17,2	1,3	-	-	0,3	0,5	1,8	-

D64 in Tabelle 28 hat bei 850 °C ein überwiegend ferritisches Gefüge mit ca. 12,5% Graphitkugeln und ca. 1% Eisen-Molybdän Mischkarbiden.

**Tabelle 28: EDX-Analyse und Phasensimulation D64, Angaben in Gew.-%**

<b>EDX-Analyse</b>							
<b>Stelle</b>	<b>Fe</b>	<b>C</b>	<b>O</b>	<b>Mn</b>	<b>Mo</b>	<b>Si</b>	
1	94,1	-	-	-	0,5	5	
2	27,7	-	-	-	65,1	6,7	
<b>Simulation 850°C</b>							
<b>Phase</b>	<b>Anteil</b>	<b>Fe</b>	<b>C</b>	<b>O</b>	<b>Mn</b>	<b>Mo</b>	<b>Si</b>
1 Graphit	~ 12,5 %	-	100	-	-	-	-
2 Ferrit	~ 86,7 %	95,2	-	-	-	0,6	4,2
3 Karbid	~ 0,8 %	54,8	5,6	-	-	39,6	-

Insgesamt ca. 9% Eisen-Chrom Mischkarbide (ca. 1,2% mit einem Anteil an Molybdän) weist D63 in Tabelle 29 auf. Dabei wird bei 850°C aufgrund des hohen Nickelanteils ca. 84% Austenit als stabiler Gefügeanteil in der Simulation angezeigt.

**Tabelle 29: EDX-Analyse und Phasensimulation D63, Angaben in Gew.-%**

EDX-Analyse										
Stelle	Fe	Cr	Ni	C	O	Si	Mn	Mo	Mg	
1	57,9	2,4	33,6	-	-	1,6	0,7	0,1	0,1	
Simulation 850°C										
Phase	Anteil	Fe	Cr	Ni	C	O	Mn	Si	Mo	Mg
1 Austenit	~ 84,3 %	61,3	1,4	33	0,1	-	0,8	3,3	-	-
2 Graphit	~ 6,8 %	-	-	-	100	-	-	-	-	-
3 Karbid 1	~ 7,8 %	25,8	81,7	0,5	8,9	-	-	-	-	-
4 Karbid 2	~ 1,2 %	42,5	46	1,5	8,7	-	-	-	0,9	-

Zusammenfassend sind diese vier Werkstoffe für die hier beschriebene Anforderung nicht geeignet. Keiner hält einer anhaltenden oxidativen Belastung bei 1050°C stand. Die Legierungen unterliegen bereits bei im Vergleich zur maximalen Anwendungstemperatur eher niedrigen Temperaturen Gefügeveränderungen, die in einem katastrophalen Werkstoffversagen enden. Auch im Kriechverhalten sind diese D11 weit unterlegen. D64 versagt bereits in der ersten Stufe des Kriechversuchs. Betrachtet man die mechanischen Kennwerte, hat ausschließlich D61 im Vergleich zu D11 ähnliche Festigkeiten bei 950°C, versagt jedoch bereits im 700°C Kriechversuch zwei Stufen früher als D11.

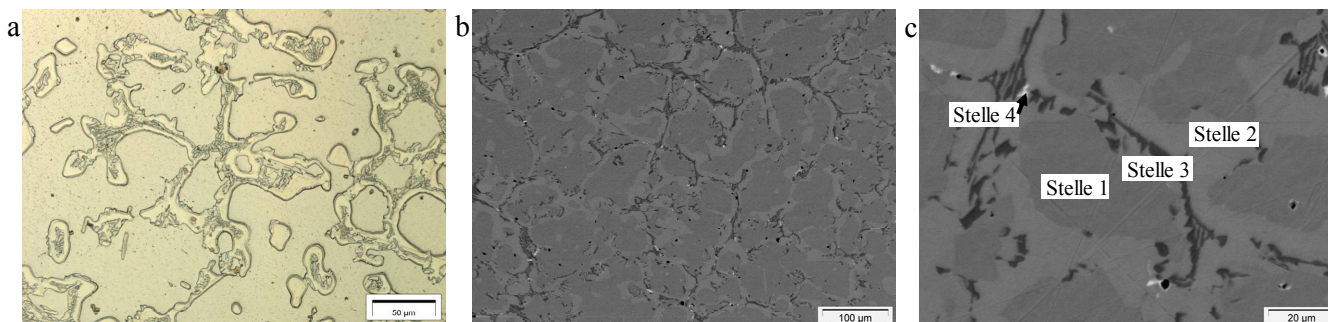
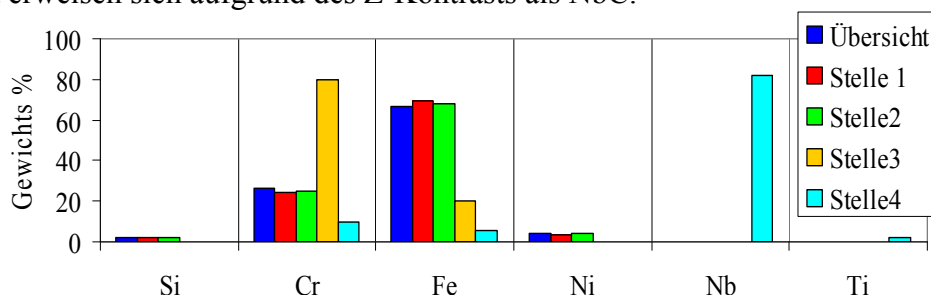
Während sowohl die hier untersuchten Ferrite als auch die beiden Werkstoffe mit Kugelgraphit für diese Anwendung als ungeeignet eingestuft sind, werden im Folgenden ein klassischer Duplex-Stahl, eine Nickelbasislegierung, Eisen-Aluminium- und Eisen-Mangan-Legierungen mit folgenden Zusammensetzungen vorgestellt.

**Tabelle 30: Zusammensetzung D1, D65, D27-D29, D17, D24-D26**

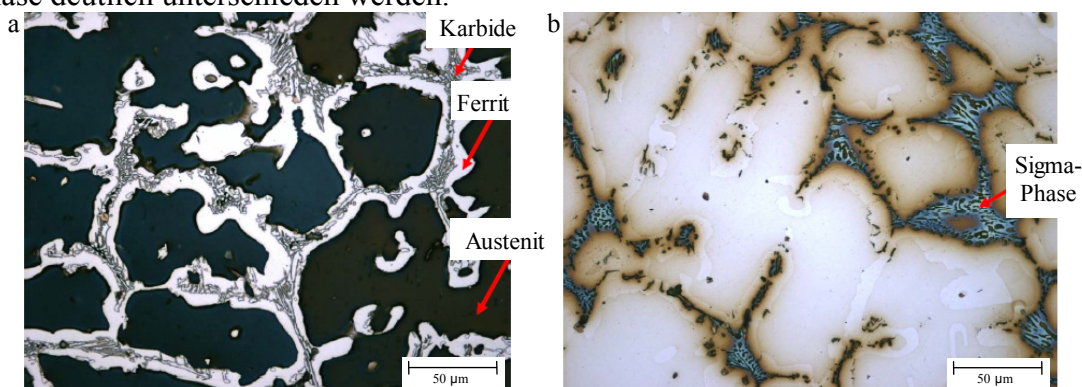
Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D1	<b>3,41</b>	25,9	0,48	-	1,87	0,16	470	0,12	0,09	-
D65	<b>73,4</b>	13,64	0,1	-	0,01	2,02	-	0,03	<b>3,85</b>	0,9 Ti, 3,9 Mo, 0,6 Co
D27	-	3,37	0,05	-	0,18	0,58	-	-	<b>14,8</b>	0,61 Mo
D28	-	3,61	0,06	-	0,43	0,65	-	-	<b>14,8</b>	0,61 Mo
D29	-	3,65	0,05	-	0,29	0,66	-	-	<b>21,6</b>	0,61 Mo
D17	5,04	18,7	0,14	0,01	3,27	0,01	<b>2570</b>	<b>7,96</b>	0,01	-
D24	0,02	20,4	0,41	0,01	2,04	0,77	<b>3880</b>	<b>8,07</b>	0,01	-
D25	3,02	18,3	<b>0,98</b>	-	2,23	-	-	<b>8,48</b>	<b>8,28</b>	-
D26	4,83	20,7	0,13	-	2,68	-	-	<b>8,41</b>	<b>7,5</b>	-

Das Gefüge und die jeweiligen Besonderheiten werden näher betrachtet. Festigkeit, Kriech- und Oxidationsverhalten werden zusammengefasst.

D1 zählt zu den Duplex-Stählen. Das Gefüge ist bei Raumtemperatur teils ferritisch und teils austenitisch. Bei dieser Legierung ist das Chrom-Äquivalent deutlicher ausgeprägt als bei den rein austenitischen Werkstoffen. Der zuerst erstarrende Austenit (Abbildung 103, Stelle 1) wird von Ferrit (Stelle 2) mit eingelagerten Karbiden (Stelle 3 und 4) umschlossen. Stelle 1 und 2 sind im EDX annähernd identisch. Der größte Teil der Karbide ist in Form von CrC ausgeschieden. Die hellen Stellen im REM-Bild erweisen sich aufgrund des Z-Kontrasts als NbC.

**Abbildung 103: Gefügebestandteile D1 a) Schliff, b) bzw. c) REM**

Mittels speziellen Ätzungen in Abbildung 104 können die Anteile an Ferrit, Austenit, Karbide und Sigma-Phase deutlich unterschieden werden.

**Abbildung 104: D1 a) Beraha II, b) Murakami**

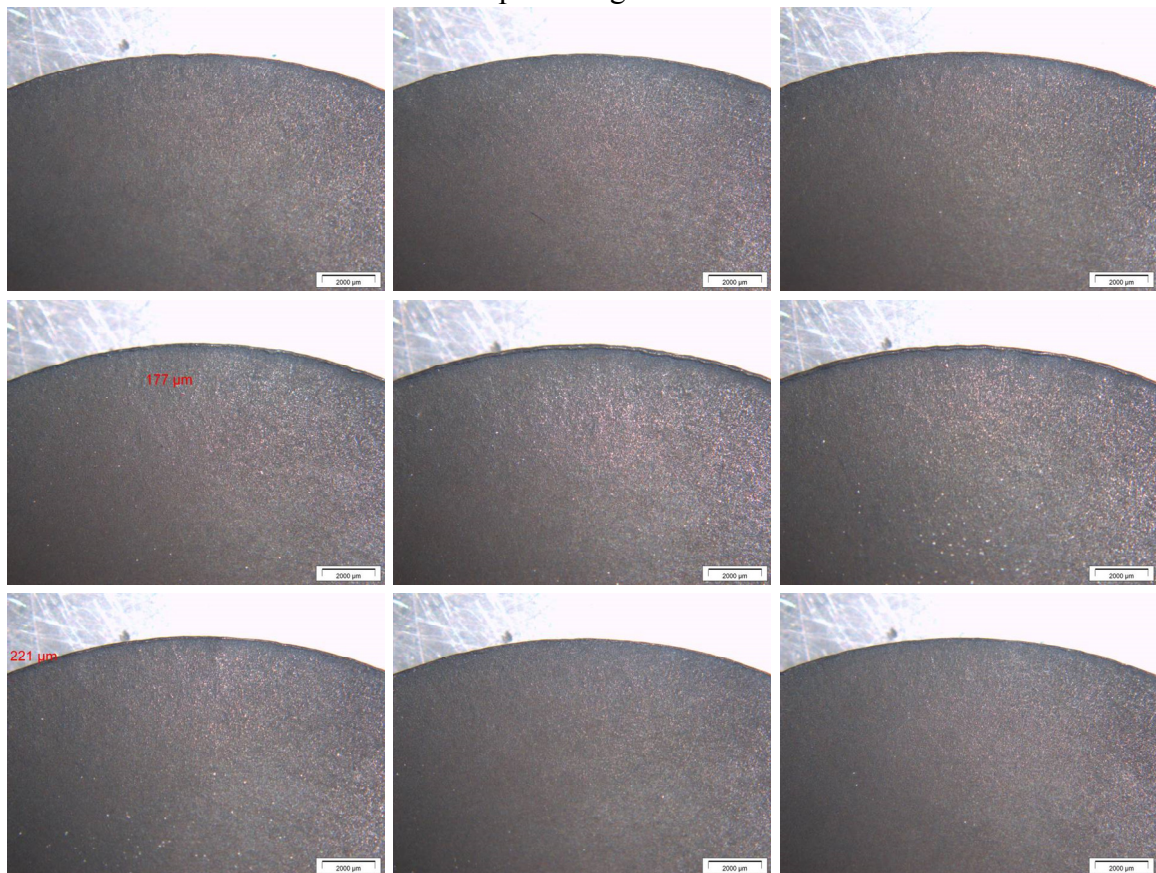
Während D1 bei Raumtemperatur gute Festigkeiten aufweist, besitzt diese Legierung mit 3% eher ein geringes Dehnungsvermögen (siehe Zusammenfassung Tabelle 33). Nach einer Auslagerung von 200 h bei 1050°C sinkt diese auf unter 2%. In der Kriechbeständigkeit (siehe Übersicht in Abbildung 114) ist D1 bereits bei 700°C der Referenz D11 weit unterlegen.

Bei der Untersuchung der Thermoermüdungsbeständigkeit sind bei D1 im Vergleich zum Austenit D11 (siehe Abbildung 127 in Kapitel 5.2.1) sehr wenige und vergleichsweise kurze Risse auf den Scheibenproben zu beobachten.

**Tabelle 31: Laufzeit 72 h, 44 Thermozyklen**

	<b>D1</b>	<b>D11</b>
Anzahl Risse	2	15
längster Riss [mm]	0,2	2,1
Risslänge [mm]	0,4	13,9

Abbildung 105 zeigt die Scheibenprobe des Werkstoffs D1 komplett umlaufend. Somit können alle eventuell auftretenden Risse auf der Scheibenprobe abgebildet werden.



**Abbildung 105: D1, Scheibenproben, 420 Zyklen**

Trotz des deutlichen Abfalls der Zugfestigkeit bei 1050°C kann das beobachtete positive Verhalten bei der Thermoermüdung im vergleichsweise geringen Ausdehnungskoeffizienten bei Duplex-Stählen begründet werden. Dieser liegt zwischen den Austeniten und den Ferriten; siehe dazu Abbildung 65 in Kapitel 4.2.2.1, in der D62 einen Ferrit darstellt.

Die Simulation in Abbildung 106 gibt bei D1 eine Liquidus-Temperatur von ca. 1405°C und eine Solidus-Temperatur von ca. 1200°C an. Außerdem wird ein großer Anteil Ferrit im Vergleich zu Austenit berechnet. Dies wird im Gefügebild in Abbildung 103 jedoch nicht bestätigt, da die Simulation die Gefügebestandteile unter Gleichgewichtsbedingungen darstellt und somit in diesem Fall nicht genau die Realität widerspiegelt.



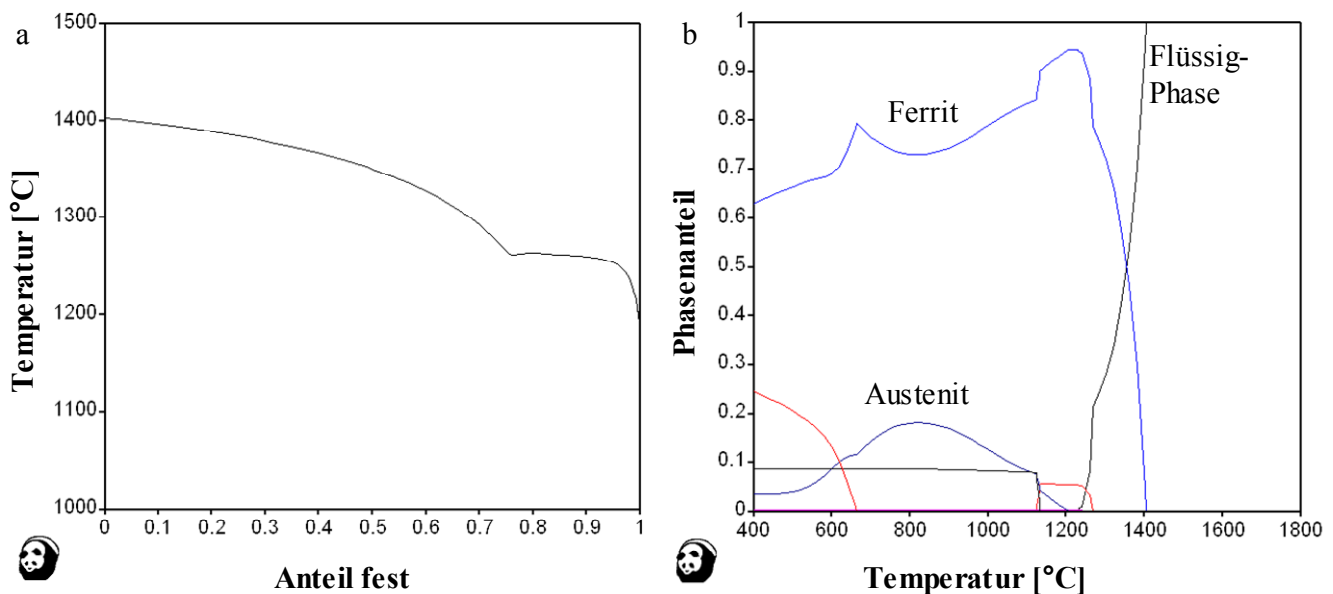


Abbildung 106: D1, a) Simulation Erstarrung, b) Phasen im Gleichgewicht; erstellt mit Pandat®

D65 stellt eine Nickelbasislegierung dar [Norm f]. Dieser Werkstoff wird wegen der Anfälligkeit zur Aufnahme von Verunreinigungen unter Vakuum abgegossen. Im Schliff ist sowohl die dendritische Struktur als auch der Kornaufbau deutlich sichtbar (Abbildung 107). Die jeweiligen Kornstrukturen reagieren empfindlicher auf die Adler-Ätzlösung als die übrigen Werkstoffe.

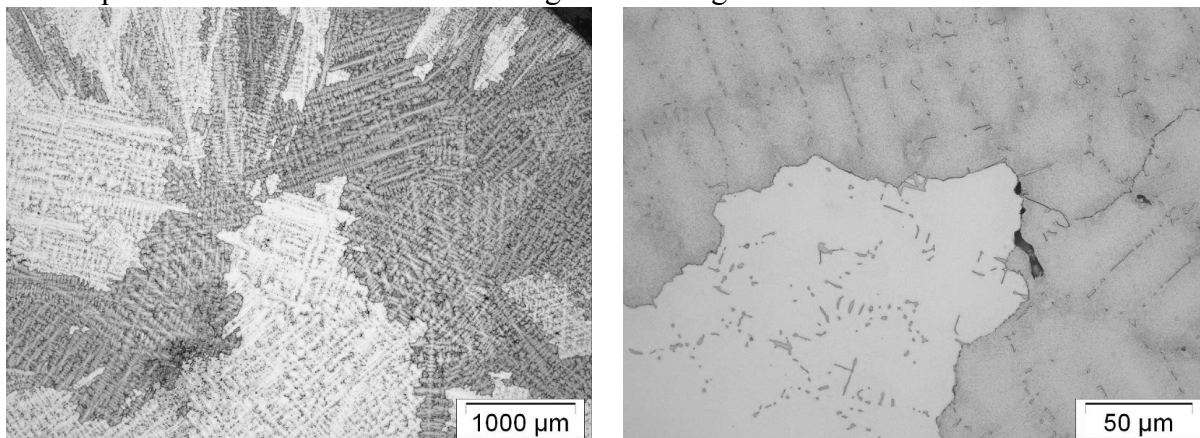
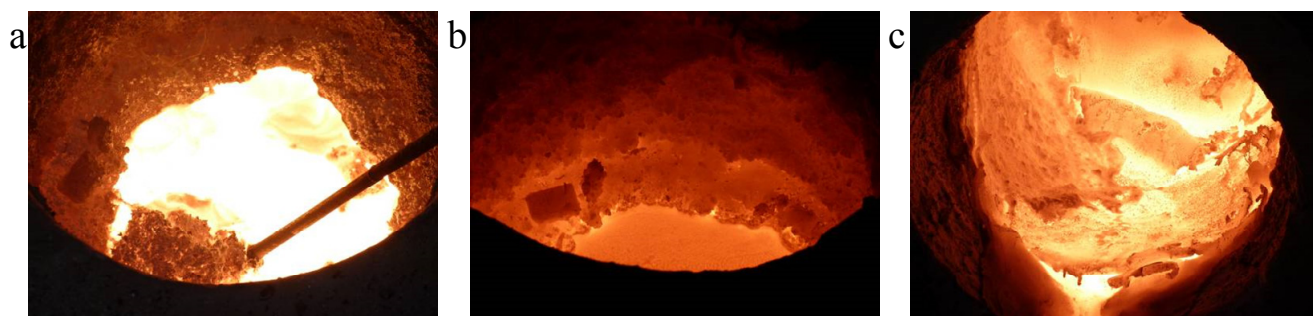


Abbildung 107: Schliff D65, dendritischer Aufbau

Wesentlicher Nachteil bei Ni-Basis-Legierungen sind jedoch die hohen Materialkosten. Bei einer Nickelverdopplung im Vergleich zu D11 lässt sich ungefähr eine Kostenverdopplung ableiten. Die hervorragenden Festigkeiten bzw. Kriecheigenschaften (siehe Übersicht in Tabelle 33 und Abbildung 116) führen zur Verwendung dieses Werkstoffes für Befestigungen und Halter in Hochtemperaturzug- und Kriechmaschinen. D65 weist mit 1% jedoch eine sehr geringe Dehnung bei Raumtemperatur auf. Neben den Kosten für Einsatzmaterial und nötiger Gießtechnik ist auch die äußerst schwierige Bearbeitbarkeit ein Nachteil dieser Werkstoffgruppe für Serienanwendungen.

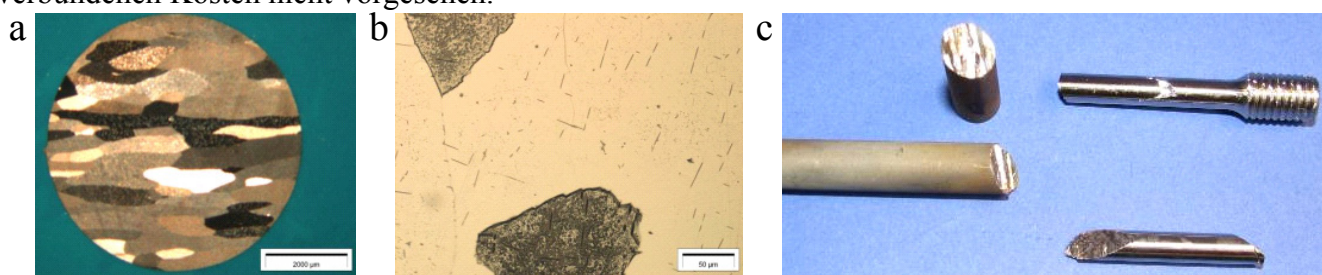
Als wesentliche Herausforderung bei Aluminium-Eisen-Legierungen hat sich deren Herstellung herauskristallisiert. Höhere Aluminiumgehalte sind nur beim Schmelzen und Gießen unter Vakuum darstellbar. Mit Luft reagiert der hohe Al-Gehalt zu Schlacke, was auch bei einigen in Kapitel 5.2 vorgestellten Legierungen beobachtet werden kann. Eine starke Schlackebildung im Ofen und im Tiegel ist in Abbildung 108 zu beobachten.



**Abbildung 108: starke Schlackebildung a) und b) im Ofen, c) im Tiegel**

Die Schlacke hat einen äußerst negativen Einfluss auf die Qualität des Gussstücks.

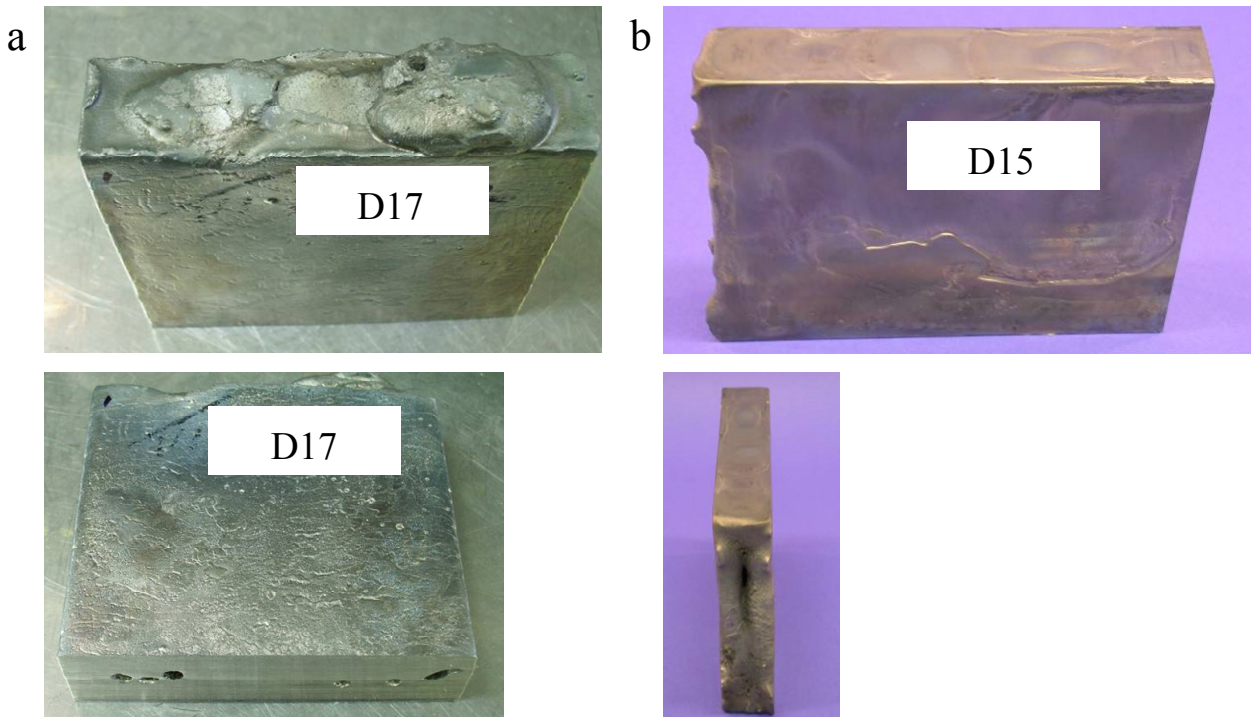
Trotz der Herstellung unter Vakuum ist D27 äußerst spröde, was bereits die Probenfertigung erschwert bzw. ganz verhindert (Abbildung 109). Ob eine Auslagerung die Sprödigkeit herabsetzen kann, konnte hier nicht untersucht werden und ist für die Anwendung im Turbinengehäuse aufgrund der damit verbundenen Kosten nicht vorgesehen.



**Abbildung 109: D27 a) Kornstruktur, b) Schliff, c) Herstellung Zugproben**

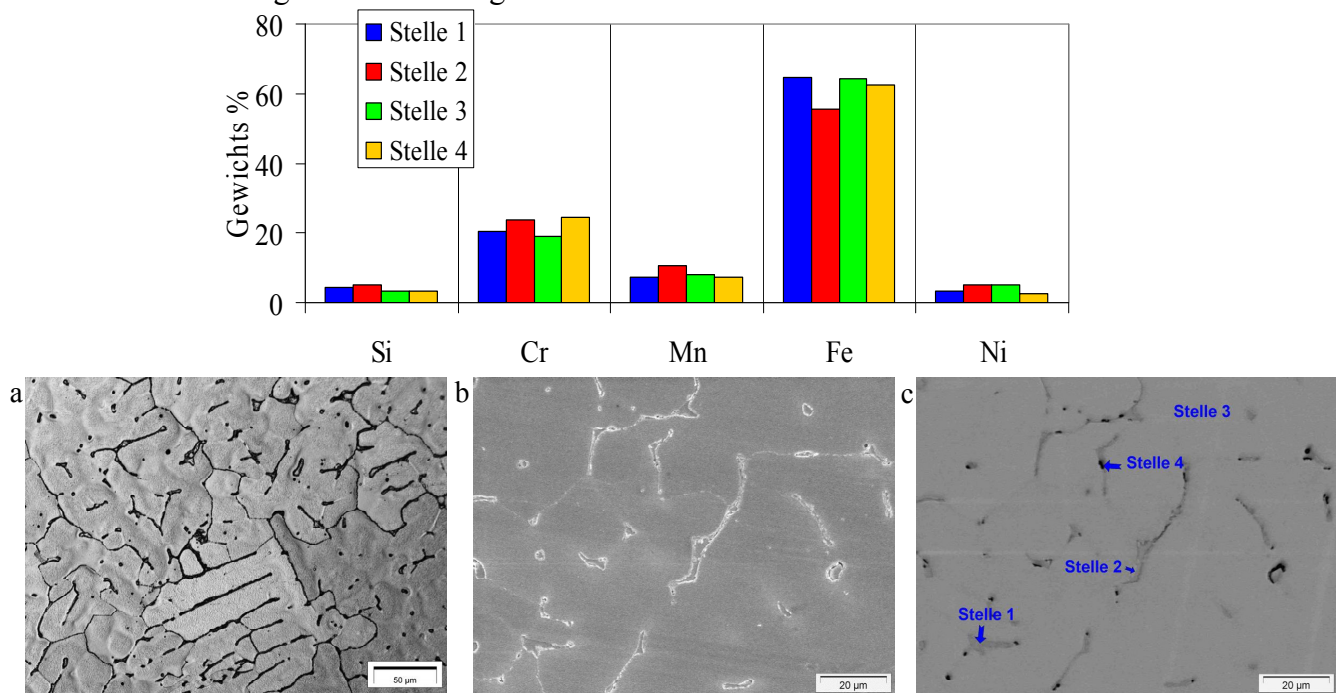
Bei den Varianten D28 und D29 ist eine Probenherstellung möglich, jedoch sind auch diese Werkstoffe sehr spröde, was sich in der geringen plastischen Dehnung von ca. 1% (siehe Übersicht in Tabelle 33) widerspiegelt. Obwohl D29 bei 700°C im Vergleich zu D11 gute Zugfestigkeiten zeigt, wurde aufgrund der Sprödigkeit bei Raumtemperatur auf Kriechversuche verzichtet. Allgemein lassen sich die FeAl-Legierungen als eine völlig neue Werkstoffgruppe einstufen, was eine Spezialisierung auf diese Systeme im Hinblick auf Seriengießprozesse erfordern würde. Dies ist in dieser Arbeit nicht gegeben.

Bei hoch manganhaltigen Stählen mit einem gleichzeitig hohen Gehalt an Stickstoff ergibt sich entsprechend zu FeAl wiederum die Schwierigkeit der Herstellung. Auch Legierungen wie D17 und D24 werden unter Vakuum in Kupferkokillen vergossen. Die Werkstoffe weisen im Vergleich zu D15 (entspricht dem an Luft vergossenen D11) ein anderes Gießverhalten auf. Am Beispiel von D17 sind in Abbildung 110 Gasfehler in Form von großflächigen Poren zu sehen. Außerdem sind unterschiedliche Ausprägungen der Oberseite des Gussteils ersichtlich. Während bei D15 die Einfallstelle in Richtung Bauteil verläuft, sind bei D17 keine Einfallstellen, sondern eher erhabene Bereiche sichtbar. Dies liegt vermutlich an dem besonders hohen Mangangehalt der Legierung, der in Verbindung mit Stickstoff eine innere Blasenbildung und deshalb eine Volumenvergrößerung begünstigt.



**Abbildung 110: a) Gasbildung und Gasporen bei D17, b) Erstarrungslunker bei D15**

Legierungen wie diese sind gieß- und speisungstechnisch schwierig zu handhaben. Eine Probenherstellung ist nur im fehlerfreien Bereich der Gussteilmitte bei D17 möglich. Das Gefüge und die Zusammensetzung ist in Abbildung 111 zu sehen.



**Abbildung 111: Gefügebestandteile D17**

Während die Festigkeit bei Raumtemperatur um ca. 300 N/mm<sup>2</sup> höher als beim Werkstoff D11 liegt, sinkt diese bei 1050°C auf unter 60 N/mm<sup>2</sup>. Die Kriechergebnisse von D17 werden in den Übersichten in Abbildung 114 und Abbildung 115 näher erläutert.

Im Falle von D24 sind im Gefüge (Abbildung 112) Fehlstellen zu sehen, die mittels EDX nicht identifiziert werden können. Diese Gasblasen sind vermutlich durch eine Kochreaktion entstanden und wurden im erstarrenden Metall eingeschlossen.



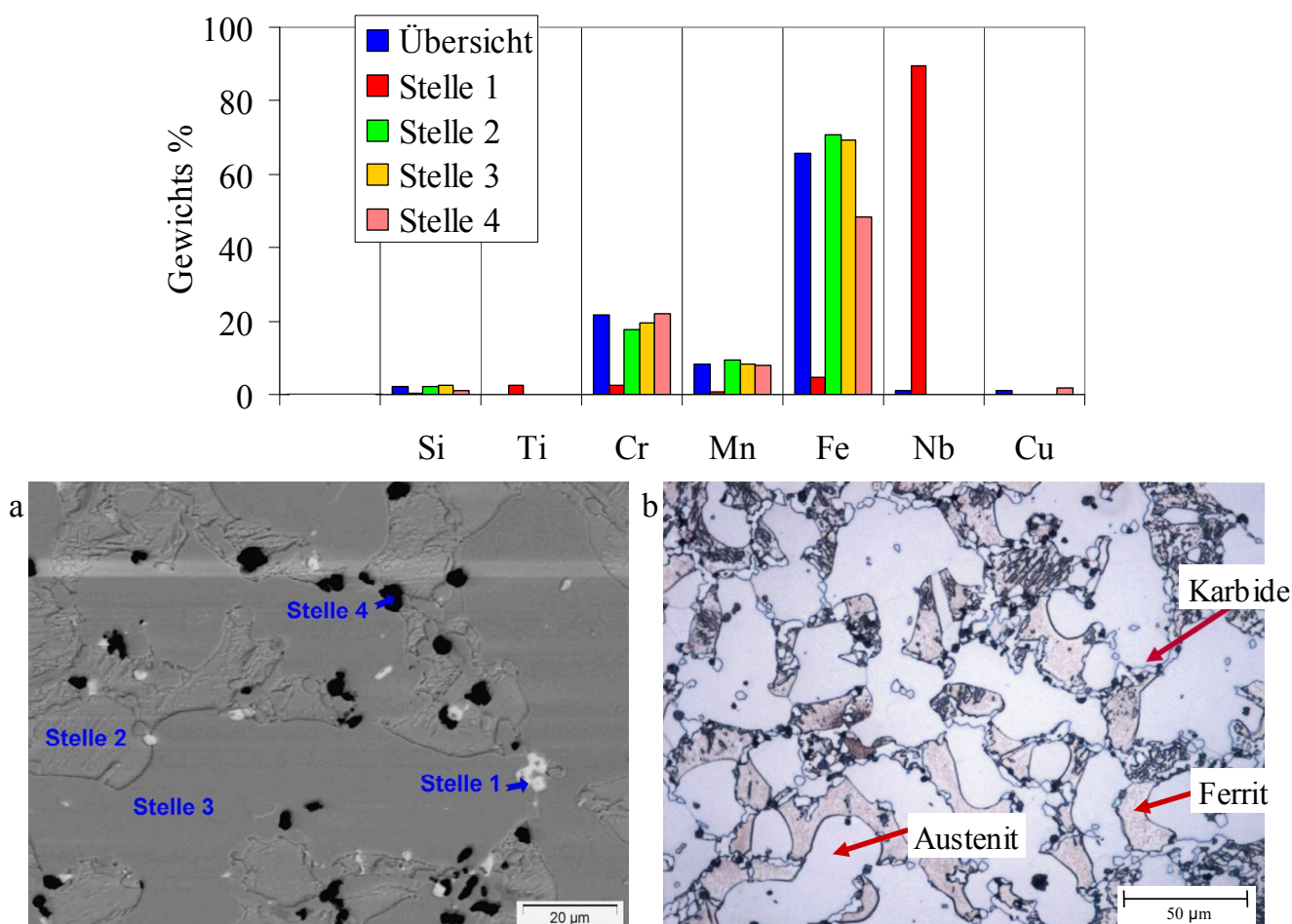


Abbildung 112: Gefügebestandteile D24, a) REM, b) V2A-Beize

Trotz dieser Fehlstellen wird bei Raumtemperatur eine Zugfestigkeit von ca.  $530 \text{ N/mm}^2$  erreicht. Die plastische Dehnung von nur ca. 1% entspricht jedoch der Erwartung aus dem Schliffbild. Im Kriechversuch versagt D24 bereits in der ersten Stufe (siehe Übersicht in Abbildung 116).

Bei D18 und D19 wird im Vergleich zu D17 der Nickelgehalt erhöht, bei D20 zusätzlich Wolfram zulegiert.

Tabelle 32: Zusammensetzung D17-D20

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D17	<b>5,04</b>	18,7	<b>0,14</b>	0,01	3,27	0,01	2570	7,96	0,01	-
D18	<b>8,11</b>	18,8	<b>0,31</b>	0,01	3,39	<b>1,01</b>	2390	8,33	-	-
D19	<b>12,1</b>	19,1	0,32	0,01	3,32	0,95	2880	8,34	-	-
D20	11,3	18,2	0,32	<b>0,82</b>	3,59	0,95	2310	8,04	-	-

Verglichen mit D17 bewirkt die Erhöhung der Konzentration der Legierungselemente in Tabelle 32 eine Verbesserung der Festigkeit und der Kriechbeständigkeit bei hohen Temperaturen. Besonders das Zulegiere von Wolfram hat bei D20 einen positiven Effekt auf die Temperaturbeständigkeit (siehe Übersicht in Tabelle 33 und Abbildung 115). Das Niveau von D11 kann jedoch nicht erreicht werden. Bei diesen Legierungen kann keine Versprödung bei einer Auslagerung beobachtet werden.

Bei D25 und D26 mit gleichzeitig hohem Mn- und Al-Anteil ist analog zu FeAl keine Probenfertigung möglich. Abbildung 113 zeigt ein gebrochenes Stück des spröden Gussblocks D25 und die Schliffe von D25 und D26. Das Gefüge unterscheidet sich stark von dem erwarteten dendritischen Aufbau, der bei austenitischen Werkstoffen beobachtet wurde. Große nadelige Ausscheidungen führen, analog zu

Gusseisen mit Lamellengraphit, zu dem beobachteten äußerst spröden Verhalten, was mittels der Abbildung 113 a) gut mit dem theoretischen Bruchbild aus der Literatur verglichen werden kann.

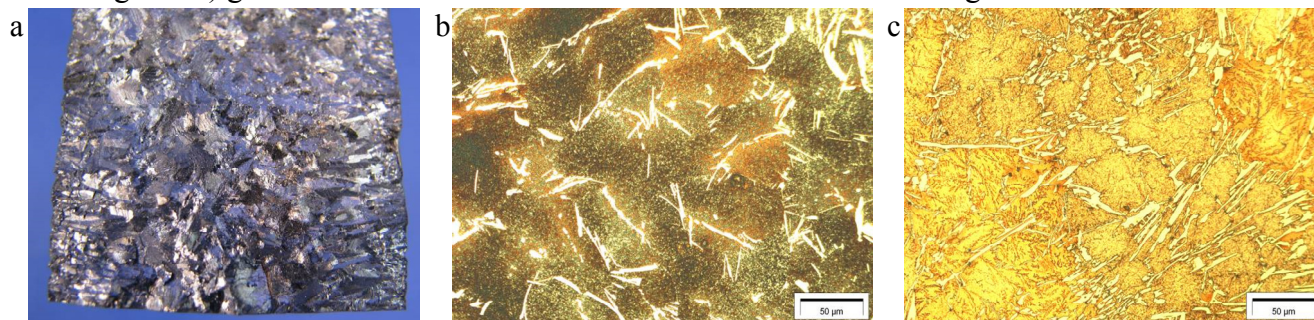


Abbildung 113: a) Bruchstück D25, b) Schliff D25, c) Schliff D26

Aufgrund der vorgefundenen Sprödigkeit wird auch diese Legierungsgruppe nicht weiter untersucht.

Tabelle 33 fasst die gemittelten Ergebnisse der Zugversuche der betrachteten Legierungen im Vergleich zu D11 zusammen. Nicht alle Temperaturen werden aufgrund der limitierten Verfügbarkeit von Proben untersucht.

Tabelle 33: Übersicht Zugversuche D11, D1, D65, Fe-Al, Fe-Mn

Werkstoff	Temp [°C]	$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$R_{p0.2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	E [kN/mm <sup>2</sup> ]	$A_g$ [%]	A [%]
D11	25	479	260	131	10	10
D1		715	558	209	3	3
D65		941	839	201	1	1
D17		772	426	165	35	35
D18		560	375	165	16	16
D19		581	421	183	9	9
D20		601	398	170	13	13
D24		530	457	190	1	1
D28		347	319	190	1	1
D29		347	329	227	1	1
D11	700	338	169	n/a		
D29		291	285			
D11	850	183	154			
D1		77	64			
D17		194	181			
D18		207	191			
D19		206	190			
D20		209	186			
D24		88	71			
D11	950	109	99			
D1		47	42			
D17		110	109			
D24		47	43			
D11	1050	72	66			
D1		29	27			
D65		309	277			
D17		58	57			
D18		62	60			
D19		69	65			
D20		65	61			
D24		23	22			

Abbildung 114 und Abbildung 115 zeigen den Temperatureinfluss auf die Kriechbeständigkeit am Beispiel von D17. Das negative Kriechverhalten von D1 bei 700°C ist in dieser Abbildung zusätzlich aufgeführt.

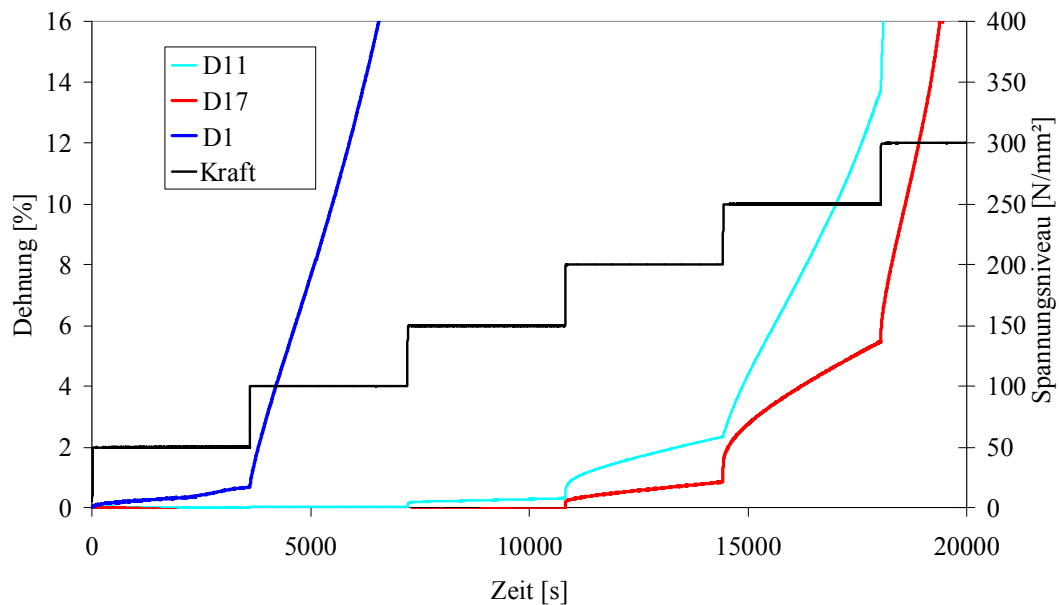


Abbildung 114: Übersicht Kriechversuche D11, D17 bei 700°C

Während die Kriechbeständigkeit von D17 bei 700°C (Abbildung 114) die von D11 übertrifft, sinkt diese bei 1050°C (Abbildung 115) rapide ab. Der schädigende Temperatureinfluss auf das Werkstoffverhalten nimmt zu. Bei D18 bis D20 ist ein positiver Trend in der Kriechbeständigkeit durch die Anhebung des Nickelgehalts und das Zulegieren von Wolfram zu beobachten.

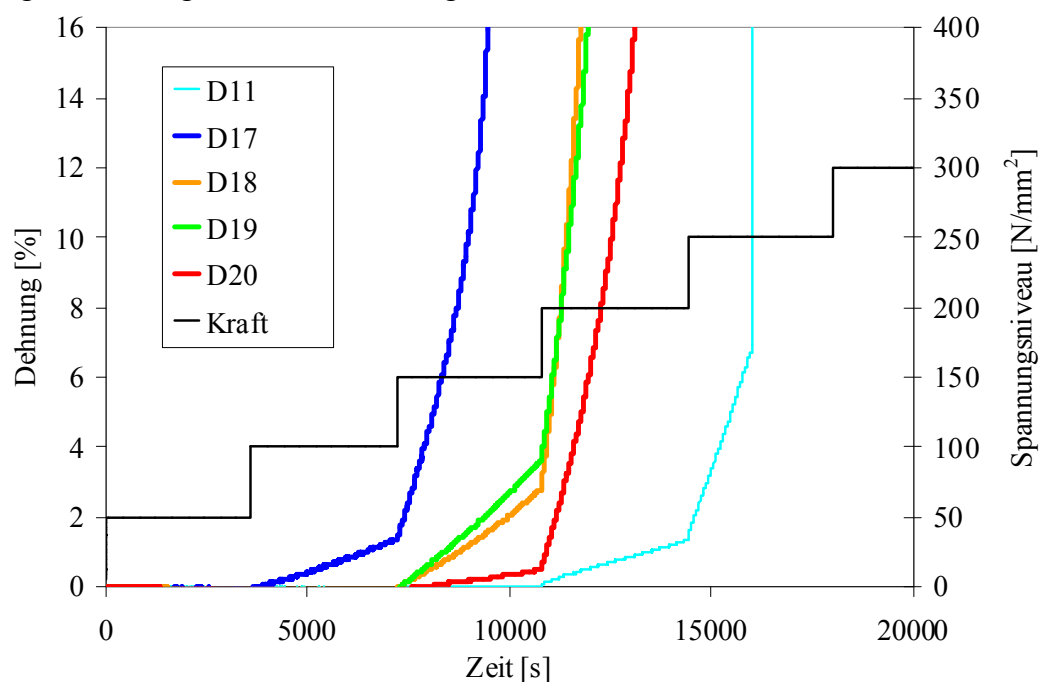


Abbildung 115: Übersicht Kriechversuche D11, D17 – D20 bei 1050°C

Eine besonders hohe Kriechbeständigkeit bei 1050°C bietet der Werkstoff D65 (der Nickelbasislegierung) in Abbildung 116, der jedoch die bereits erwähnten Nachteile aufweist. D24 versagt aufgrund der großflächigen Fehlstellen im Gefüge bereits in Stufe 1, D1 aufgrund seines Duplex-Aufbaus am Beginn der Stufe 2 und D17 durch den geringen Nickelanteil und die ungenügende Verstärkung des Gefüges in der dritten Stufe.



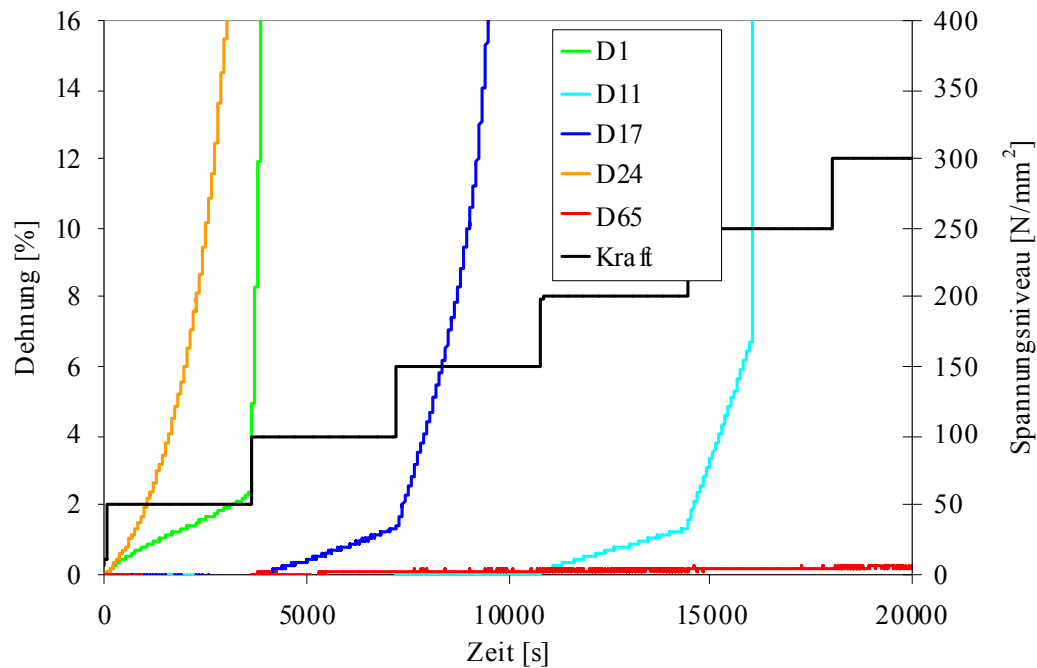


Abbildung 116: Übersicht Kriechversuche D1, D11, D17, D24, D65 bei 1050°C

Im Anschluss werden die Ergebnisse zur Oxidation mittels der Auslagerung von Zugproben bei 200 h und 1050°C im Ofen an Luft dargestellt (Abbildung 117).



Abbildung 117: ausgelagerte Zugproben 200h 1050°C a) D11, b) D1, c) D17, d) D24, e) D27, f) und g) D28, h) D29, i) D65



Bei D11 (Abbildung 117 a) und D1 (b) sind kleine Partikel in einer vergleichbaren Menge im Tiegel zu finden. Die Probenoberfläche von D17 (c) ist in diesem Versuch eher unauffällig. Jedoch ist im Tiegel eine erhöhte Menge an Oxidationsprodukten zu finden (Abbildung 118 a). D24 (Abbildung 117 d) deformiert sich im Gewindebereich so stark, dass ein nachträglicher Zugversuch nicht möglich ist. Während bei D27 (e) und D29 (h) keine Oxidationsprodukte zu sehen sind, hat sich bei D28 (f, g) auf der Oberfläche eine dichte Staubschicht gebildet. D65 (i) zeigt ausschließlich oberflächliche Verfärbungen. Wie bei allen Proben verliert auch diese ihren metallischen Glanz, was auf die während der Auslagerung gebildete äußere matte Oxidationsschicht zurückzuführen ist. Im Vergleich von D17 bis D20 (Abbildung 118) sind keine aussagekräftigen Unterschiede der Zugproben nach der Auslagerung erkennbar. Die Erhöhung von Nickel lässt bei diesen Versuchen keinen positiven Trend hinsichtlich der Oxidationsbeständigkeit erkennen.

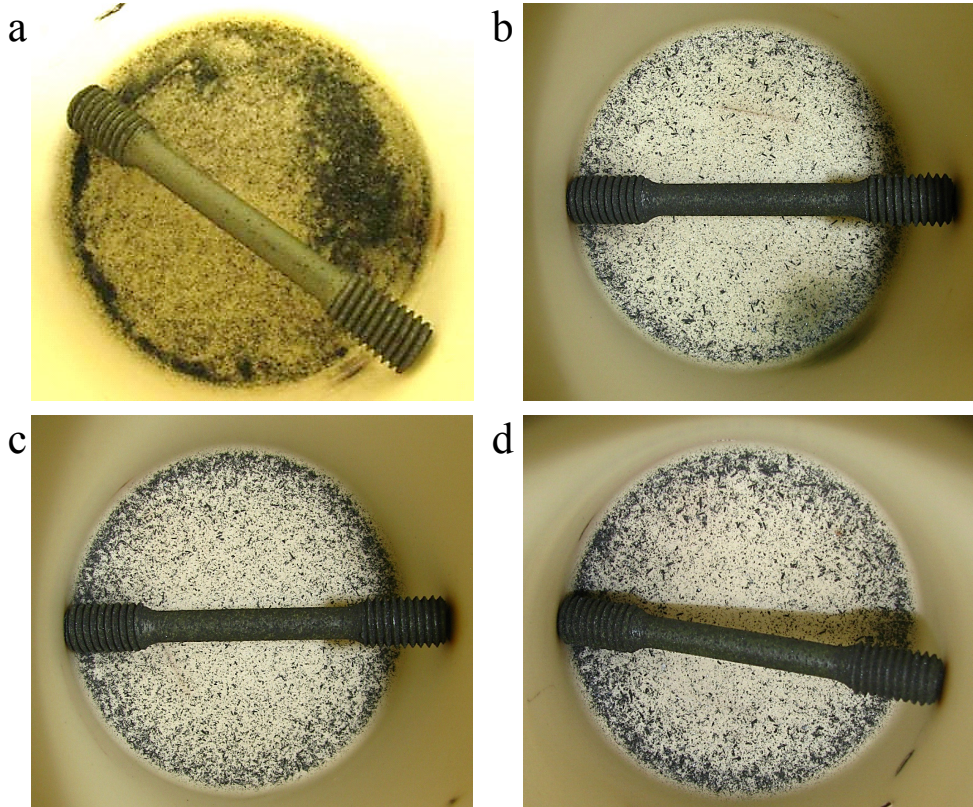


Abbildung 118: ausgelagerte Zugproben 200h 1050°C a) D17, b) D18, c) D19, d) D20

Die Auswahlkriterien der Legierungen in diesem Kapitel sind hauptsächlich Kosten, Kriechbeständigkeit und Gießbarkeit. Entscheidungsgründe, die beschriebenen Legierungen nicht weiter zu verfolgen, sind bei D1 die geringe Kriechbeständigkeit, die geringe Dehnung bei Raumtemperatur und die mögliche Ferrit-Austenit Umwandlung. Die Nachteile bei D65 sind vor allem die Kosten, die in dem hohen Nickelgehalt begründet sind. Auch die Dehnung bei Raumtemperatur erweist sich als sehr gering. Es ist nicht klar, wie sich ein geringes Dehnungsvermögen auf ein Bauteil im Einsatz auswirkt. Bei den FeAl Legierungen D27, D28 und D29 führt die Problematik der Gießbarkeit und die allgemeine Sprödigkeit zum Ausscheiden. Die FeMn (D16-D20, D24) und FeAlMn Legierungen (D25 und D26) haben sich entsprechend durch die schlechte Gießbarkeit, das niedrige Dehnvermögen und die geringe Kriechbeständigkeit als nicht einsetzbar erwiesen.

Aufgrund der gesammelten Erkenntnisse erscheint eine Fokussierung ausschließlich auf die austenitische Werkstoffgruppe als notwendig, um die geforderten Eigenschaften zu erhalten.

## 5.2 Einfluss der Elemente auf Gefüge und Temperaturverhalten austenitischer Werkstoffe

Durch den Vergleich der Untersuchungsergebnisse der verschiedenen Legierungen kann der Einfluss der einzelnen Legierungselemente sowohl auf die Gefügeausbildung als auch auf das Temperaturverhalten bestimmt werden. Dies ist hier jedoch nur im Bereich der CrNi Stähle zu realisieren, da es bei einer grundlegenden Veränderung des Grundwerkstoffes (Fe-Matrix) auch zu einer Änderung des Lösungs- und Ausscheidungsverhaltens, sowie der Eigenschaften bezüglich Festigkeit, Oxidationsverhalten, usw. kommt. Wichtige Punkte in diesem Zusammenhang sind z.B. der Einfluss der Legierungselemente auf die Stabilisierung des Austenits sowie die Beeinflussung der Kriechbeständigkeit und Härte durch Karbide und Nitride.

### 5.2.1 Allgemeine Vorgehensweise und Ergebnisse ausgewählter Legierungen

In folgendem Beispiel werden die Legierungen D11, D34, D35, D36, D41, D42 und D47 mittels der in Kapitel 4.2 aufgeführten experimentellen Methoden verglichen. Besonders die Wirkung der Legierungselemente Mangan, Stickstoff, Silizium, Aluminium, Wolfram und Niob (Tabelle 34) können somit bestimmt werden.

**Tabelle 34: Zusammensetzung D11, D34-D36, D41, D42, D47**

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D11	<b>35,3</b>	18,9	0,37	0,11	2,25	1,67	793	<b>0,11</b>	0,01	0,05 Mo
D34	<b>11,8</b>	<b>21,5</b>	0,27	0,02	0,56	0,93	297	<b>0,82</b>	0,01	-
D35	11,7	21,3	0,25	<b>0,85</b>	0,52	0,91	350	0,74	0,01	-
D36	11,6	21,1	0,28	<b>1,01</b>	<b>1,04</b>	0,92	365	0,73	0,01	-
D41	11,4	20,3	0,26	0,97	1,05	0,9	347	0,74	<b>0,9</b>	0,19 Ti
D42	11,6	23,9	0,35	1,01	1,17	1,01	2560	<b>0,33</b>	0,01	-
D47	11,6	23,2	0,32	0,96	1,12	<b>0,3</b>	<b>3164</b>	<b>0,15</b>	-	-

Die Zusammenfassung der wichtigsten Ergebnisse ist in Abbildung 119 zu sehen. Die Festigkeit bei 1050°C (a) verhält sich bei den unterschiedlichen Mangangehalten neutral. Ein Anstieg ist insbesondere mit einem Anstieg des Stickstoff-Gehalts verbunden, was bereits Bannykh *et al.* [06] und Kim *et al.* [00] beobachtet haben. Auch ein Si-Anstieg von 0,5 auf 1 Gew.-% verhält sich positiv. Die Zugabe von Aluminium lässt die Festigkeit stark absinken. In der Kriechbeständigkeit (b) verhält sich Mangan wiederum neutral. Eine Erhöhung von Silizium verschlechtert die Beständigkeit. Besonders Wolfram wirkt sich positiv auf die Kriecheigenschaften aus. Die Niob-Erhöhung von 0,3 auf 1,1 Gew.-% hat keine aussagekräftigen Auswirkungen. Die Gewichtsveränderungen der Zugproben in c) werden ohne die Oxidationsprodukte im Tiegel zu berücksichtigen mit einer Waage gemessen. D11 liefert eine Gewichtsänderung von weniger als 0,15%, bezogen auf das ursprüngliche Gewicht. Bei D42 mit 0,33 Gew.-% Mn ist eine von ca. 4,2% (D34) gesunkene Masseänderung auf 1,25% zu erkennen. Ungenauigkeiten entstehen beim Wiegen der Oxidationsprodukte, da diese unter starken Spannungen abplatzen und aus dem Tiegel entweichen können bzw. noch an der Probe haften bleiben. Die Si-Erhöhung von 1,6 auf 2,15 Gew.-% verbessert die Oxidationsbeständigkeit. Eine Mn-Erhöhung von 0,15 auf 0,73 Gew.-% verschlechtert diese, was sich in einer um 2% gestiegenen Gewichtsänderung durch Aufwachsen und Abplatzen der Oxidationsschichten äußert. Optische Bewertungen der Zugproben sind hier nicht erfasst. Der Vergleich der Thermoermüdungsbeständigkeit in d) ist abhängig von den Bewertungskriterien Anzahl Risse, Risslänge gesamt, Anzahl Risse über 1 mm und Abmessung des längsten Risses. Hier wird jedes Kriterium einfach gewertet, der längste Riss wird aufgrund dessen

besonders negativen Einflusses auf das Temperaturverhalten doppelt in der Bewertung anhand von Negativpunkten berücksichtigt. D11, D42 und D47 liefern annähernd gleiche positive Ergebnisse (siehe dazu Tabelle 39). Wegen der Sprödigkeit ist bei D41 in diesem Fall keine Probenfertigung möglich.

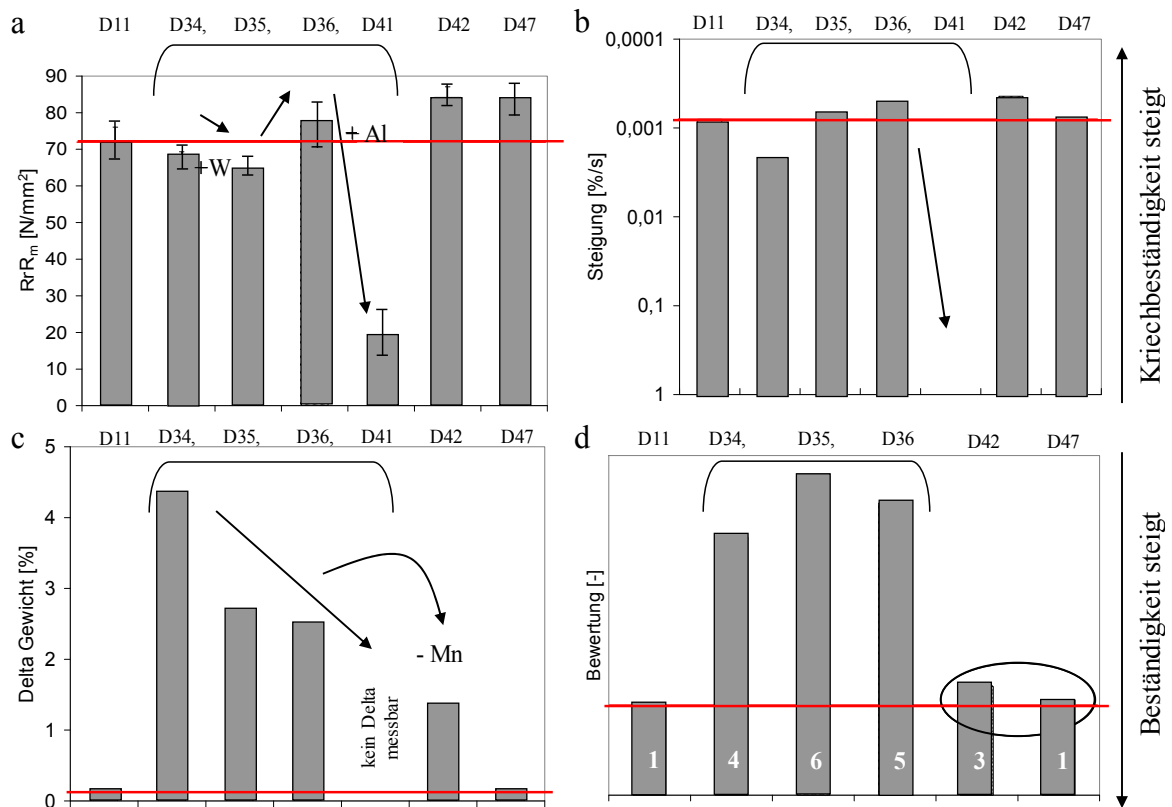


Abbildung 119: Werkstoffvergleich bei 1050°C a) Zugfestigkeit, b) Kriechbeständigkeit; 40 MPa Stufe, c) Oxidationsbeständigkeit, d) Beständigkeit gegen Ermüdung

Nach Abbildung 17 beträgt der Mindestgehalt an Chrom zur Bildung einer passivierenden Oxidationsschicht 5 Gew.-%. Diese Schicht stellt bei Raumtemperatur eine stabile Barriere gegen Korrosion dar. Sie verliert jedoch bei steigenden Temperaturen ihre Beständigkeit. Andere Quellen geben an, dass mindestens 10,5 Gew.-% Chrom in der austenitischen Matrix gelöst sein müssen. Min. 20 Gew.-% Chrom sind für einen korrosionsbeständigen Hochtemperaturstahl nötig. Die modifizierte Wirksumme ( $PRE_{mod}$ ) bei D11 mit max. 0,02 Gew.-% P und 0,003 Gew.-% S im Werkstoff erreicht nach Formel 25 (Kapitel 3.2) einen Wert von kleiner 20. Im Vergleich dazu ergeben sich bei den anderen Werkstoffen mit höherem Chrom-, Wolfram- und Stickstoffgehalt Werte bis zu 31. Zu beachten ist hier jedoch, dass Legierungen mit besonders hohem Chromgehalt einen hohen Anteil an Chromkarbiden bilden, was auch den Kohlenstoff bindet. Deshalb kann der Niobgehalt bei diesen Werkstoffen deutlich reduziert werden. Zur Bestimmung der Neigung zur Kaltrissbildung kann der CET nach Gleichung 9 (Kapitel 3.1.2) bestimmt werden. Während D11 einen Wert von 2,1 erreicht, ergibt sich für die Werkstoffe mit höherem Chrom- und niedrigerem Nickelgehalt ein nur geringfügig niedriger CET von ca. 2,0. Nach der Bestimmung des Chrom- und Nickeläquivalents nach den Gleichungen 11 und 13 (Kapitel 3.1.2) kann der Bereich der hier untersuchten Legierungen graphisch in das Diagramm in Abbildung 11 eingetragen werden, was in Abbildung 120 dargestellt ist.

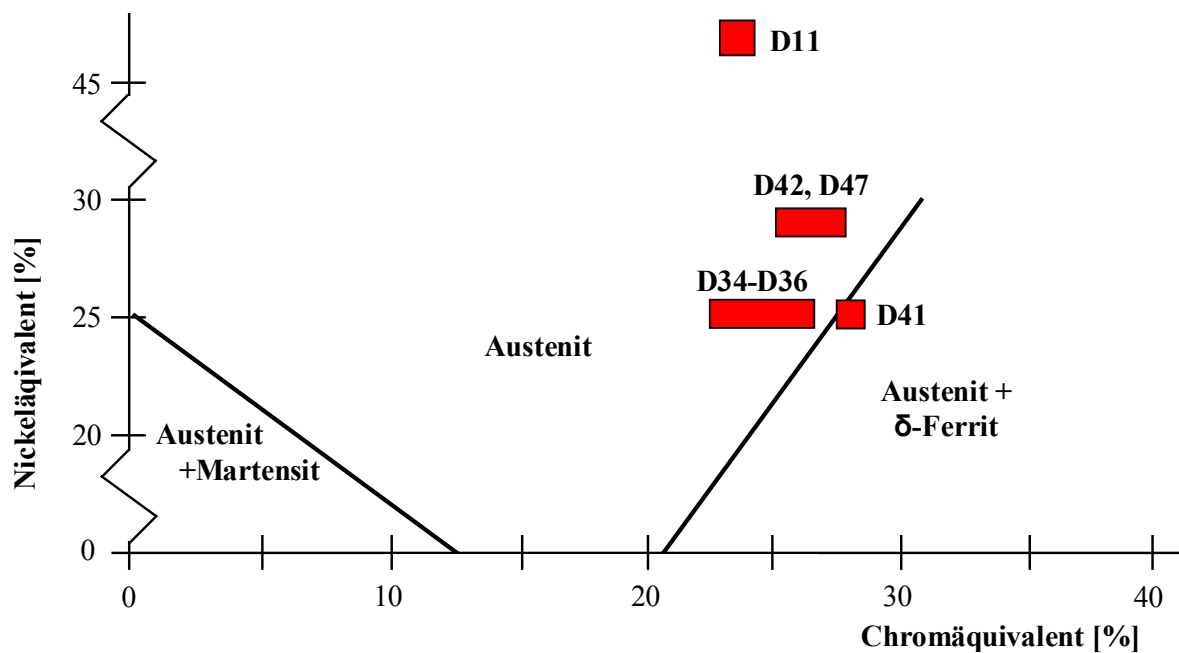
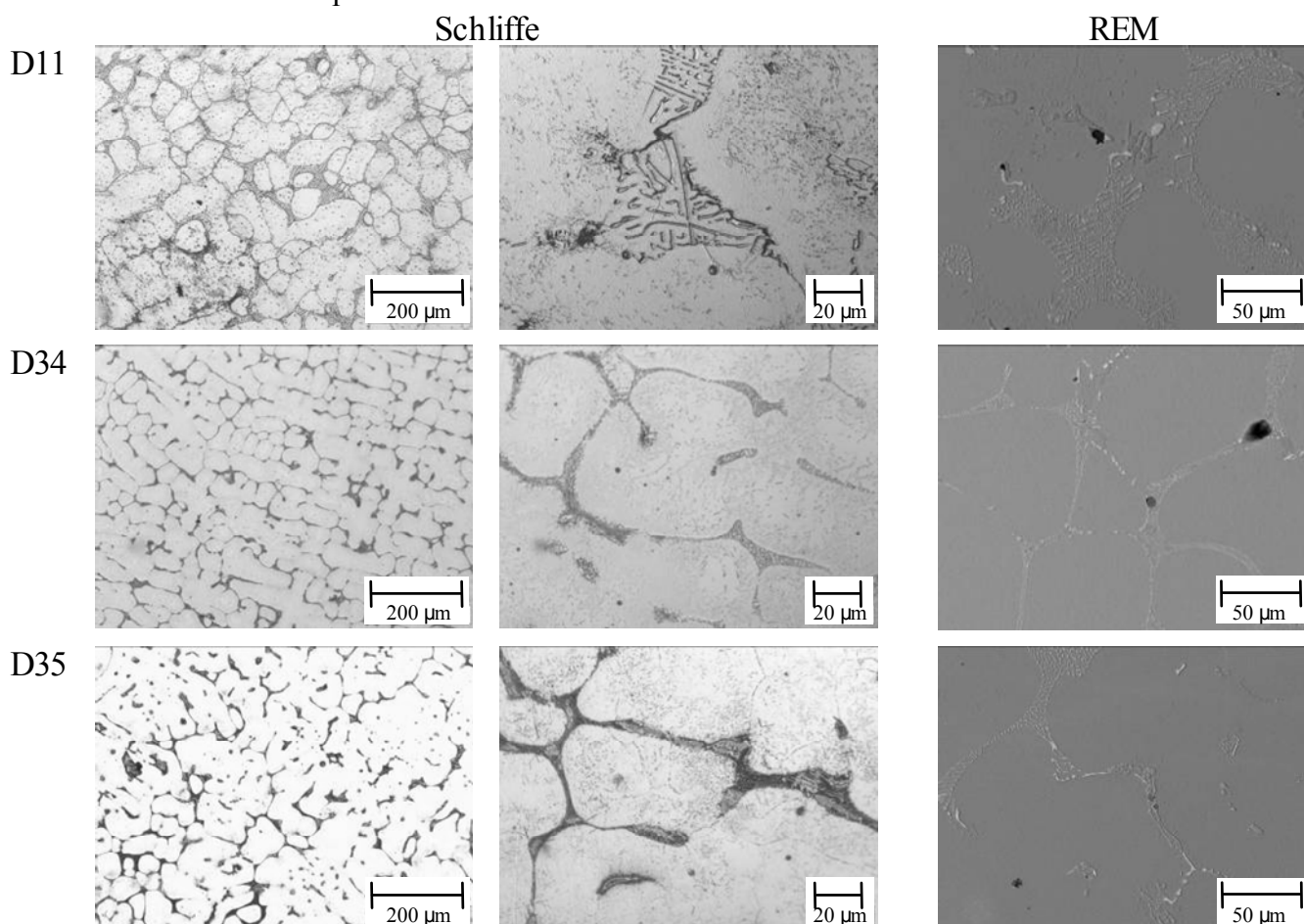
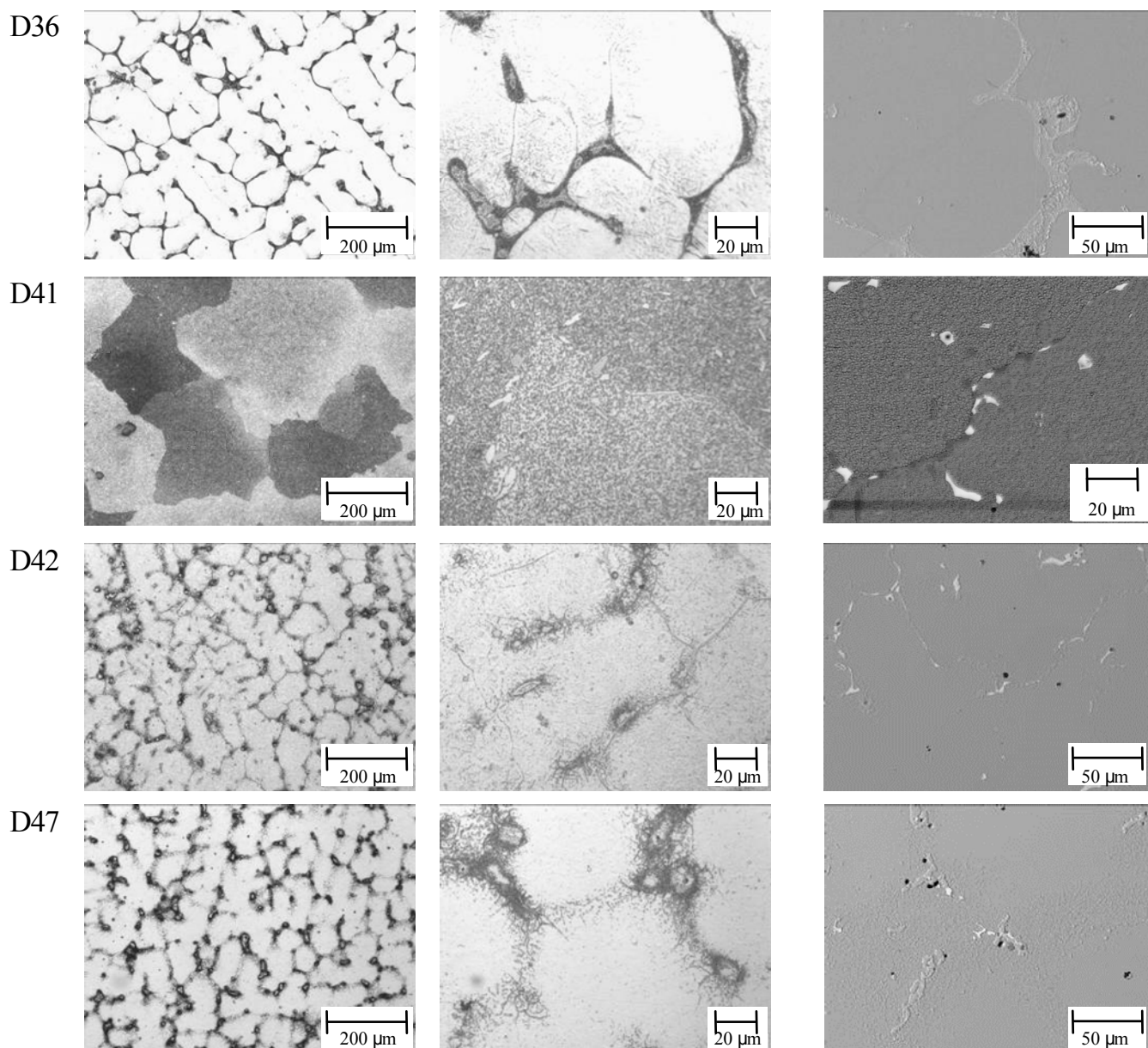


Abbildung 120: Chrom-, Nickeläquivalent D11, D34, D35, D36, D41, D42, D47

Die ausführlichen Untersuchungen dieser Legierungen sind im Folgenden dargestellt. Abbildung 121 beinhaltet Lichtmikroskop- und REM-Bilder.







**Abbildung 121: Schiffe und REM D11, D34, D35, D36, D41, D42, D47**

Allgemein lässt sich der Wandel eines interdendritischen Karbidnetzwerks mit lamellaren Ausscheidungen bei D11 hin zu einem Netzwerk mit globulitischen Ausscheidungen unterschiedlicher Größen bei D47 beobachten. D41 lässt sich aufgrund des Einflusses des hohen Aluminiumgehalts jedoch nicht in diese Reihe einordnen. Im REM sind zusätzlich nichtmetallische Einschlüsse sichtbar, die bei hohen Gehalten und einer ungünstigen Verteilung das Verhalten des Werkstoffs negativ beeinflussen können. Es besteht das Risiko, dass dadurch eigentlich geeignete Legierungen fälschlicherweise vom weiteren Vorgehen ausgeschlossen werden könnten. Durch die Betrachtung der Schifffbilder kann dies verhindert werden.

Anschließend werden die Ergebnisse von Zug-, Kriechversuchen, E-Modul-, Härtemessungen, Thermoermüdung, Ausdehnung, Oxidationsbeständigkeit und Thermogravimetrie dargestellt. Tabelle 35 stellt die Ergebnisse der Zugversuche von Raumtemperatur bis 1050°C dar.

**Tabelle 35: Überblick Zugversuche**

Werkstoff	Temp [°C]	R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	R <sub>p0,2</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	E [kN/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]	A [%]
D11	25	479	260	142	10	10
D34		536	244	152	36	36
D35		556	274	185	26	26
D36		544	251	138	28	28
D41		247	-	208	1	1
D42		594	374	156	14	13
D47		628	364	170	25	25
D11	700	338	169	n/a		
D35		552	263			
D41		319	244			
D42		350	183			
D47		368	205			
D11	850	183	154			
D34		175	118			
D35		175	119			
D36		169	128			
D41		74	71			
D42		260	184			
D47		247	185			
D11	950	109	99			
D34		95	86			
D35		95	91			
D36		94	89			
D41		39	39			
D42		144	133			
D47		153	144			
D11	1050	72	66			
D34		67	62			
D35		63	60			
D36		76	75			
D41		17	17			
D42		84	81			
D47		95	92			

Werden die mittels Zugversuch bestimmten Elastizitätsmoduln mit den nach Gleichung 27 (Kapitel 4.2.2.3) berechneten Daten in Tabelle 36 verglichen, zeigt sich eine Abweichung von bis zu 44 kN/mm<sup>2</sup>. Diese Abweichung kann in der Software begründet werden, die den Elastizitätsmodul aus den Zugversuchen ermittelt.

**Tabelle 36: E-Modul Grindosonic**

Proben	Länge [mm]	Breite [mm]	Dicke [mm]	Masse [g]	Frequenz [Hz]	E-Modul [kN/mm <sup>2</sup> ]
D11	49,98	9,97	1,00	3,91	1885,33	165
D36	50,04	10,03	0,99	3,92	1956,33	182
D42	50,03	10,03	1,00	3,87	1901,93	166
D47	50,03	10,03	1,01	3,89	1925,33	168

Während D11, D42 und D47 annähernd identische Werte aufweisen, liegt der E-Modul bei D36 ca. 15 kN/mm<sup>2</sup> höher.

Abbildung 122 zeigt das Streuband der Ergebnisse innerhalb der Untersuchungsreihe bei den Stufen-Kriechversuchen des Werkstoffs D11.

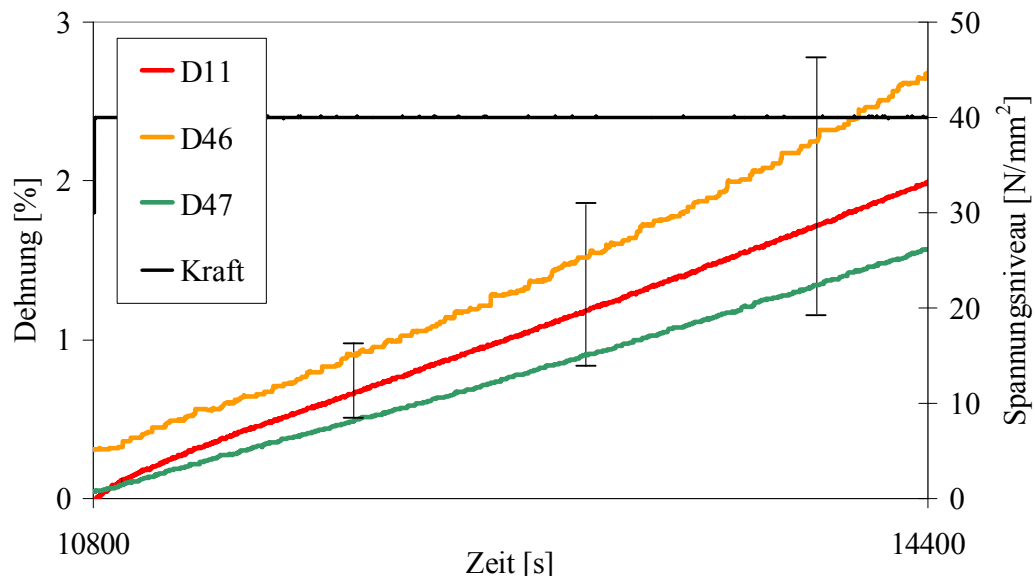


Abbildung 122: Kriechversuche 1050°C, Fehler D11

Sowohl eine Probe des Werkstoffs D46 als auch eine Probe von D47 liegen innerhalb des Streubandes von D11 und sind daher in diesem Versuch als gleich kriechbeständig zu bewerten. Diese Schwankungen der Dehnungen von 0,5 bis 1,6% in Stufe vier sind bei den Auswertungen im nächsten Kapitel zu beachten.

Im Folgenden werden die Kriechversuche der verschiedenen Legierungen bei 1050°C (Abbildung 123), 950°C (Abbildung 125) und 700°C (Abbildung 126) betrachtet.

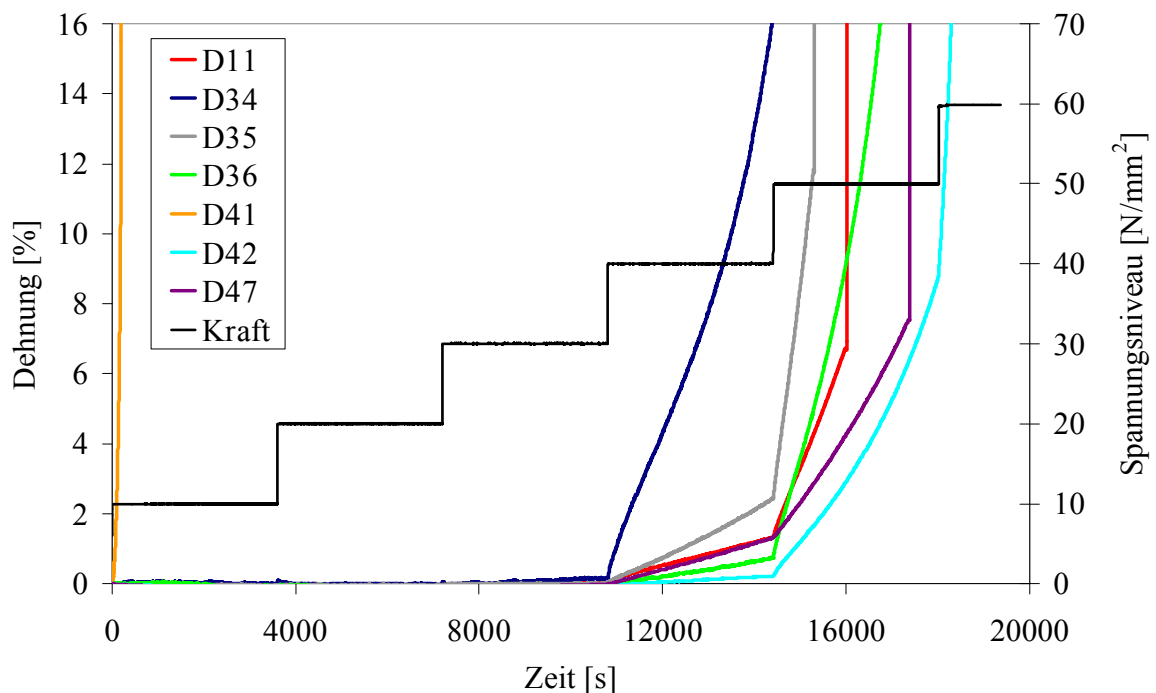


Abbildung 123: Kriechversuche 1050°C

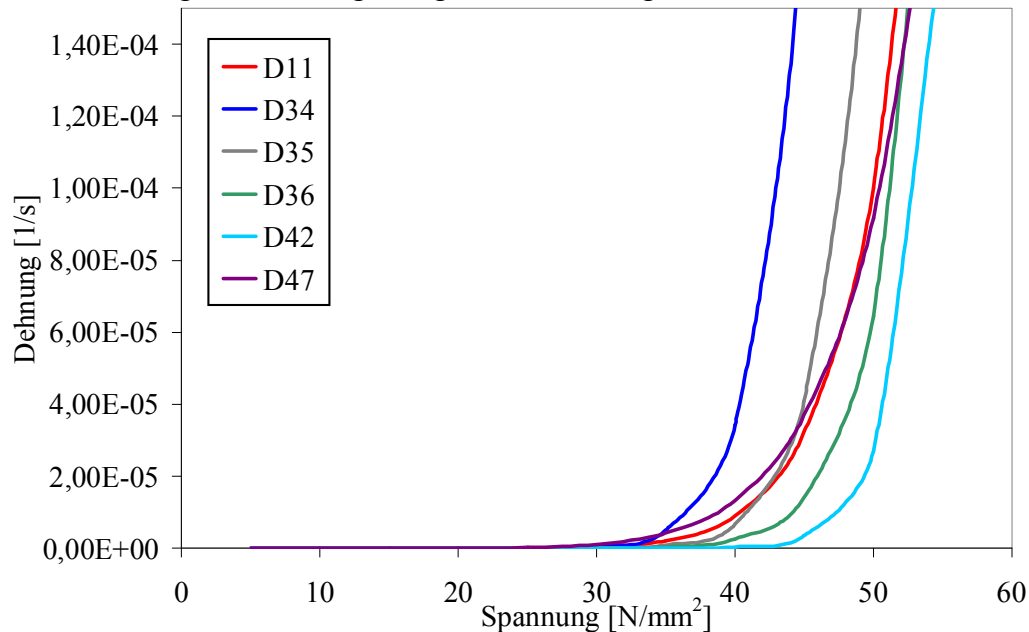
D41 versagt bereits in der ersten Stufe. Das spröde Verhalten zeigt sich analog zu den Daten aus den Zugversuchen. Während D34 in Stufe vier bei 40 N/mm<sup>2</sup> versagt, erreichen die restlichen Werkstoffe mindestens die Stufe 50 N/mm<sup>2</sup>.

Mit dem Spannungsniveau 40 N/mm<sup>2</sup> wird Stufe vier für den Vergleich der Kriechraten (Tabelle 37) bevorzugt verwendet, da hier, bis auf D41, ein ausgeprägtes sekundäres Kriechen vorherrscht. Die markierten Daten repräsentieren den Bereich des Versuchs, in dem bereits tertiäres Kriechen beginnt.

**Tabelle 37: Steigungen im Kriechversuch**

	Stufen [N/mm <sup>2</sup> ]	10	20	30	40	50	60
D11	Steigungen [%/s]	0	0	0,00001	0,0005	0,0056	-
D34		0	0	0,00005	0,0015	0,0281	-
D35		0	0	0,00001	0,0006	0,0100	-
D36		0	0	0,00010	0,0013	0,0165	-
D41		0,0088	-	-	-	-	-
D42		0	0	0,00000	0,0002	0,0023	-
D47		0	0	0,00001	0,0005	0,0023	-

Aus den Kriechraten bzw. -steigungen bei unterschiedlichen Spannungen und mithilfe des Nortonschen Kriechgesetzes aus Gleichung 17 (Kapitel 3.2) lassen sich näherungsweise die Norton Kriechdiagramme der ausgewählten Legierungen in Abbildung 124 erstellen.

**Abbildung 124: Diagramm Norton**

Die gemittelten Norton-Parameter werden in Tabelle 38 aufgeführt. Während mehrphasige Legierungen in der Literatur einen Spannungsexponenten von  $n_N \approx 40$  aufweisen (Kapitel 3.2) zeigen sich bei den austenitischen Legierungen Exponenten zwischen 8 und 21, während der Vorfaktor  $A_N$  sehr unterschiedliche Werte aufweist. Die Werte von  $n_N$  liegen über dem Wert bei dem ausschließlich Versetzungskriechen vorherrscht. Dies stärkt die Vermutung, dass hier eine Kombination der in Kapitel 3.2 beschriebenen Kriechmechanismen vorliegt. Die Parameter werden vor allem für die Erstellung von Modellen in Softwaresimulationen wie z.B. Abaqus für die thermomechanische Ermüdung verwendet.

**Tabelle 38: Norton-Parameter**

Legierung	$A_N$	$n_N$
D11	1,8E-23	11
D15	4,0E-24	11
D34	4,0E-28	14
D35	2,1E-29	15
D36	1,0E-29	15
D42	2,5E-38	21
D47	3,4E-18	8

Die Parameter  $A_N$  und  $n_N$  zusammen ergeben sehr ähnliche Kriechdiagramme. Deshalb können sie nur gemeinsam und als Näherung betrachtet werden. Zur Bewertung der Kriechbeständigkeit erscheint der Vergleich der Kriechsteigungen besser geeignet.



Die Ergebnisse bzw. die Abstufungen bei 950°C (Abbildung 125) sind vergleichbar zu den Daten bei 1050°C.

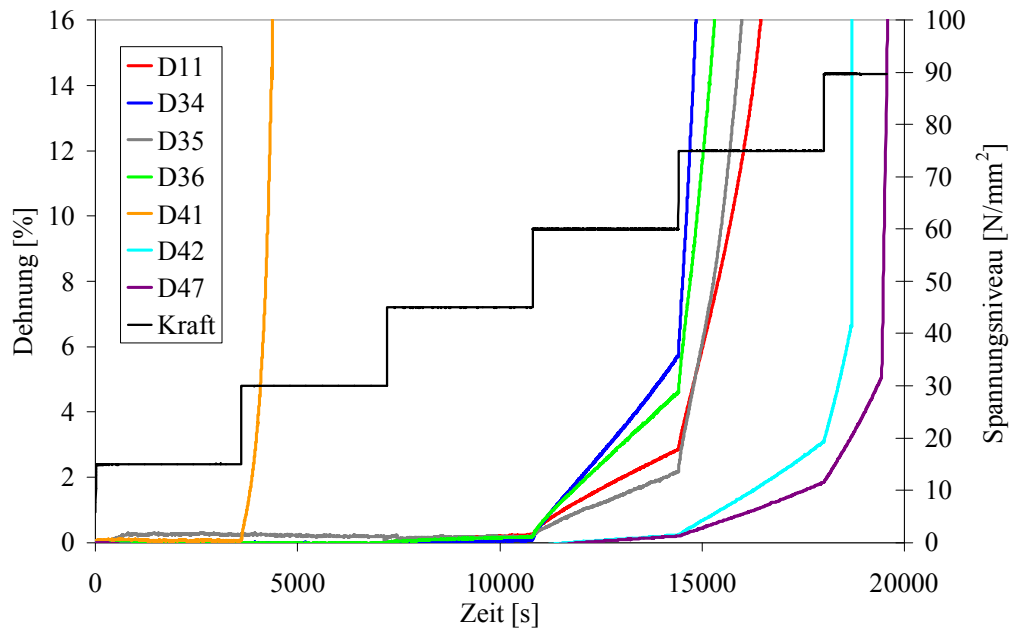


Abbildung 125: Kriechversuche 950°C

Bei 700°C ist bei D11 ein verändertes Kriechverhalten zu beobachten (Abbildung 126). Bereits in der vierten Stufe nimmt die Kriechrate stark zu und lässt die Probe bei 250 N/mm<sup>2</sup> versagen. Es sind deutlich die Dehnungssprünge am Anfang jedes Spannungsniveaus zu erkennen. Durch Verfestigung verlangsamt sich anschließend die Dehnrage wieder.

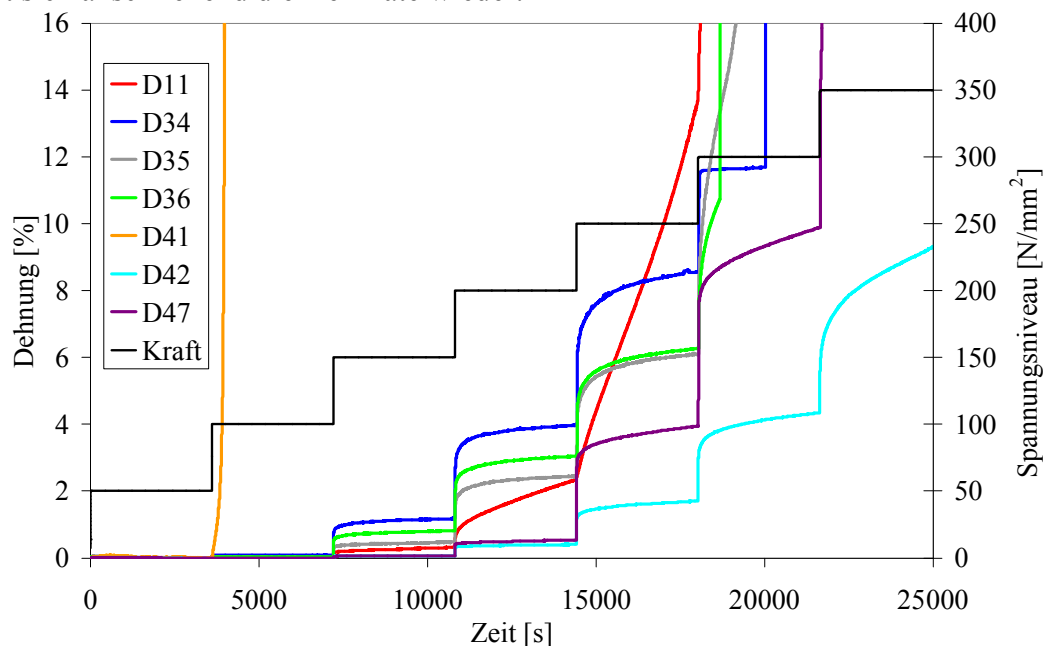
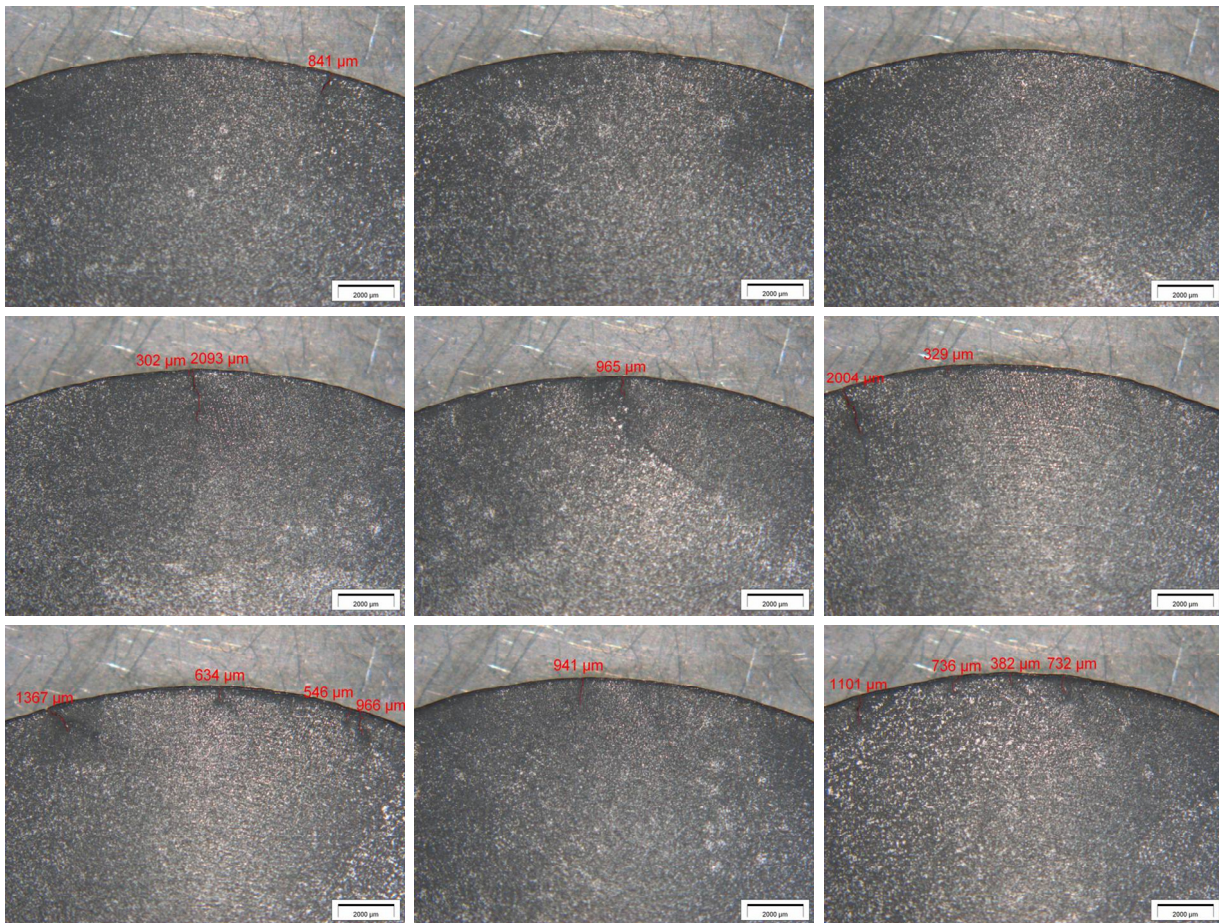


Abbildung 126: Kriechversuche 700°C

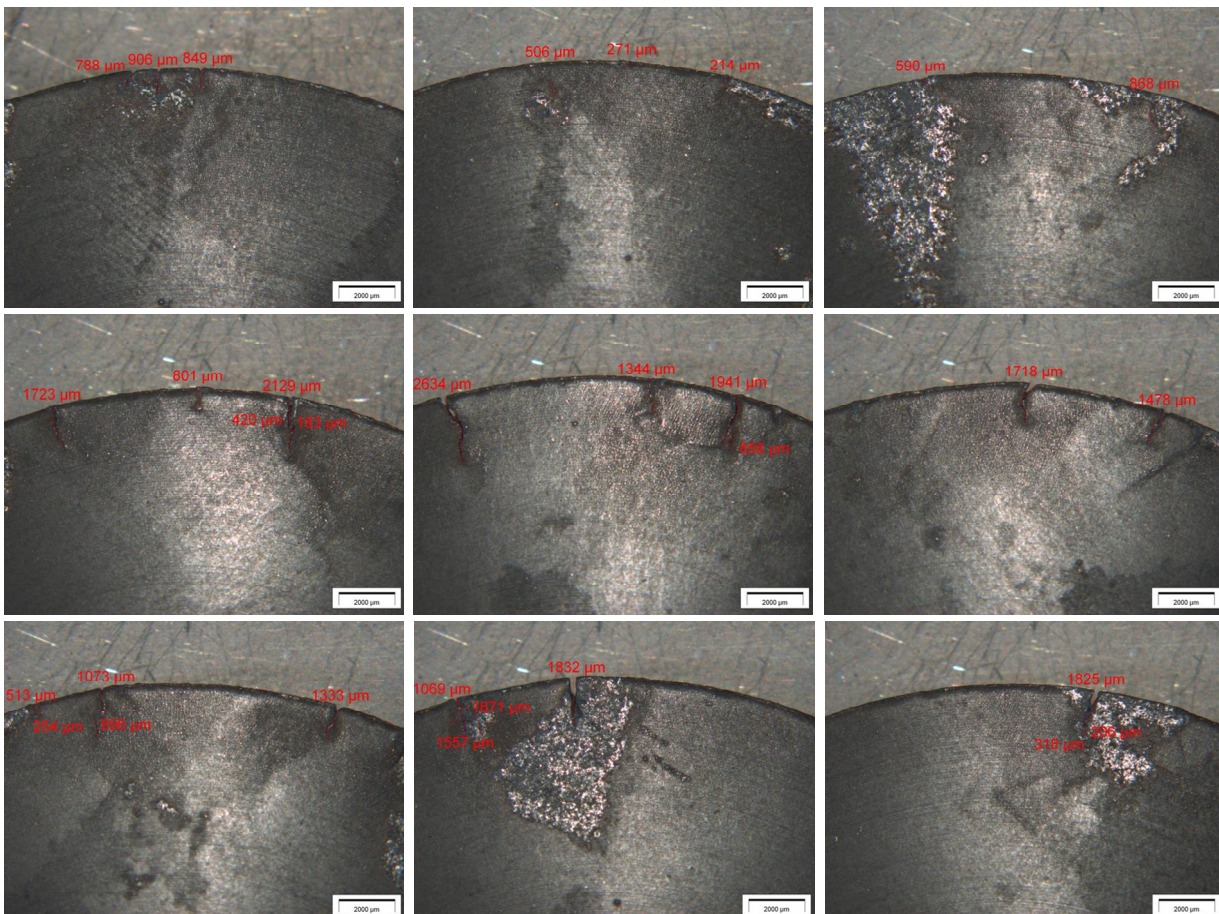
Die Stufen-Kriechversuche bei unterschiedlichen Temperaturen zeigen, dass der Versuch bei 1050°C der Entscheidende ist. Die verwendete Zugmaschine und die Messtechnik überstehen diese hohen Temperaturen dauerhaft. Die weiteren Kriechversuche auf einem niedrigeren Temperaturniveau sind nötig, um die verschiedenen Werkstoffe zu vergleichen und gegebenenfalls durch Änderung der Legierungszusammensetzung verbessern zu können. In den nächsten Kapiteln werden hauptsächlich die Kriechversuche bei 1050°C gezeigt.

Die folgenden Abbildungen ermöglichen eine Bewertung der Thermozyklusermüdung mittels Scheibenproben der verschiedenen Legierungen. Es werden je 420 Zyklen geprüft. Dabei heizen sich die Proben auf ca. 1000°C auf. Risse und die Oberfläche der Scheiben werden betrachtet und bewertet.





**Abbildung 127: D11, 420 Zyklen**



**Abbildung 128: D34, 420 Zyklen**



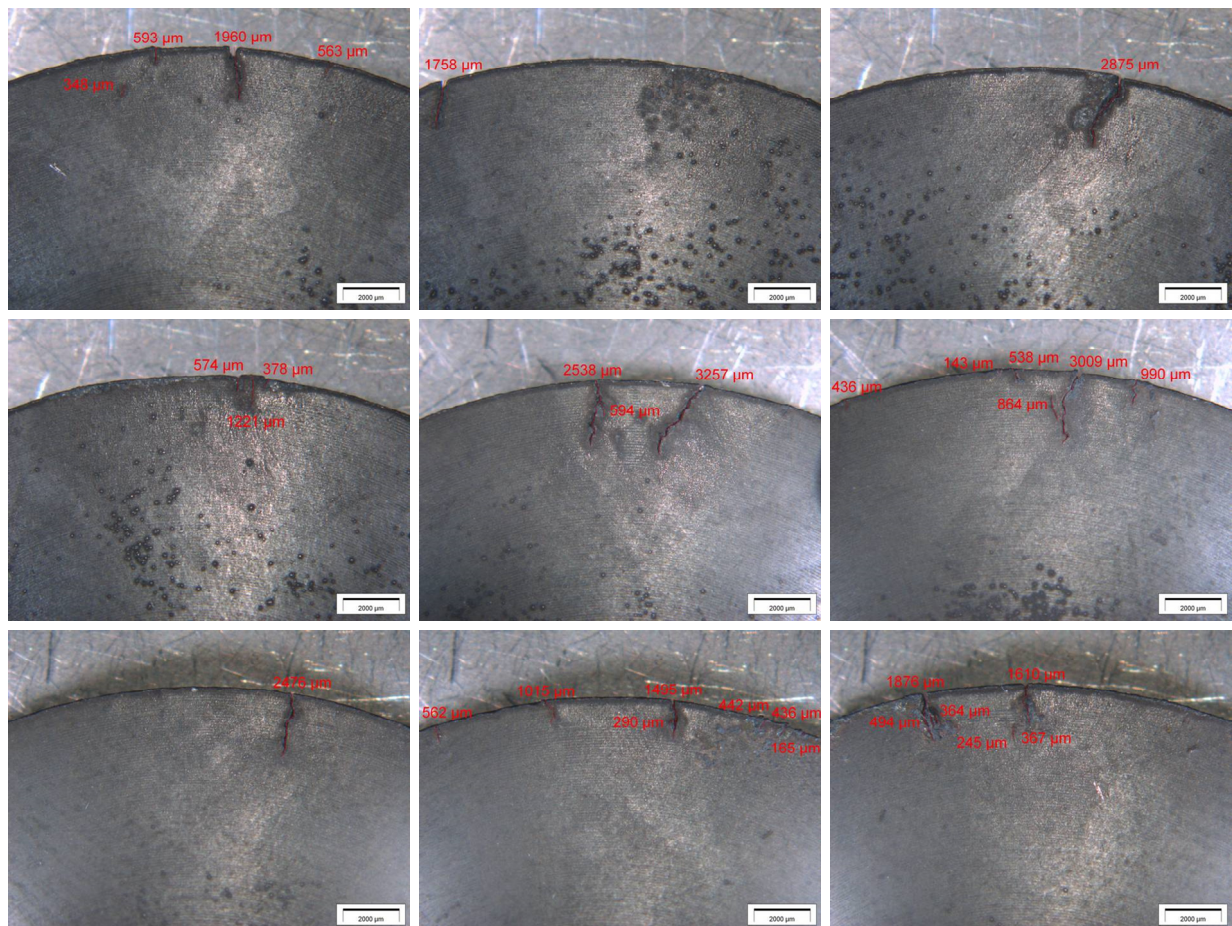


Abbildung 129: D35, 420 Zyklen

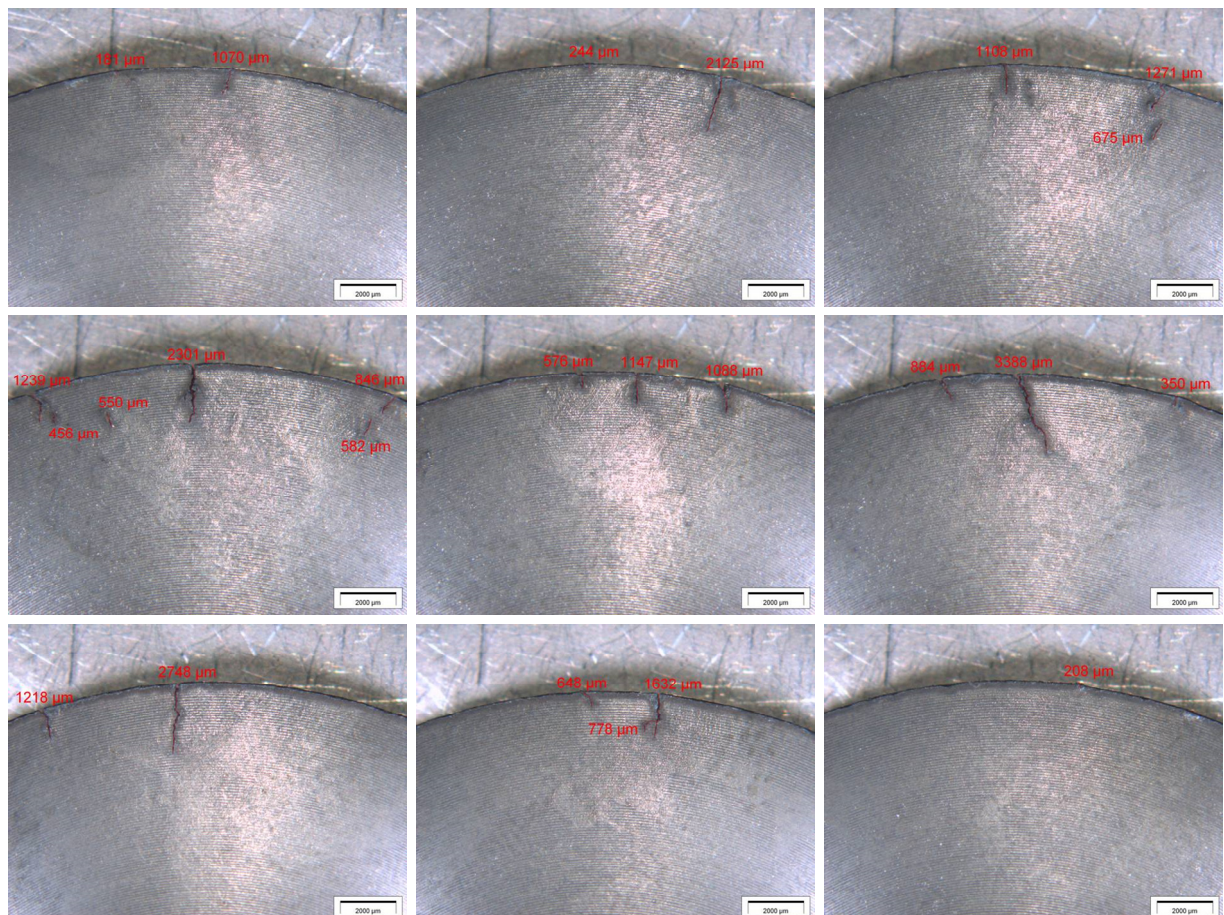
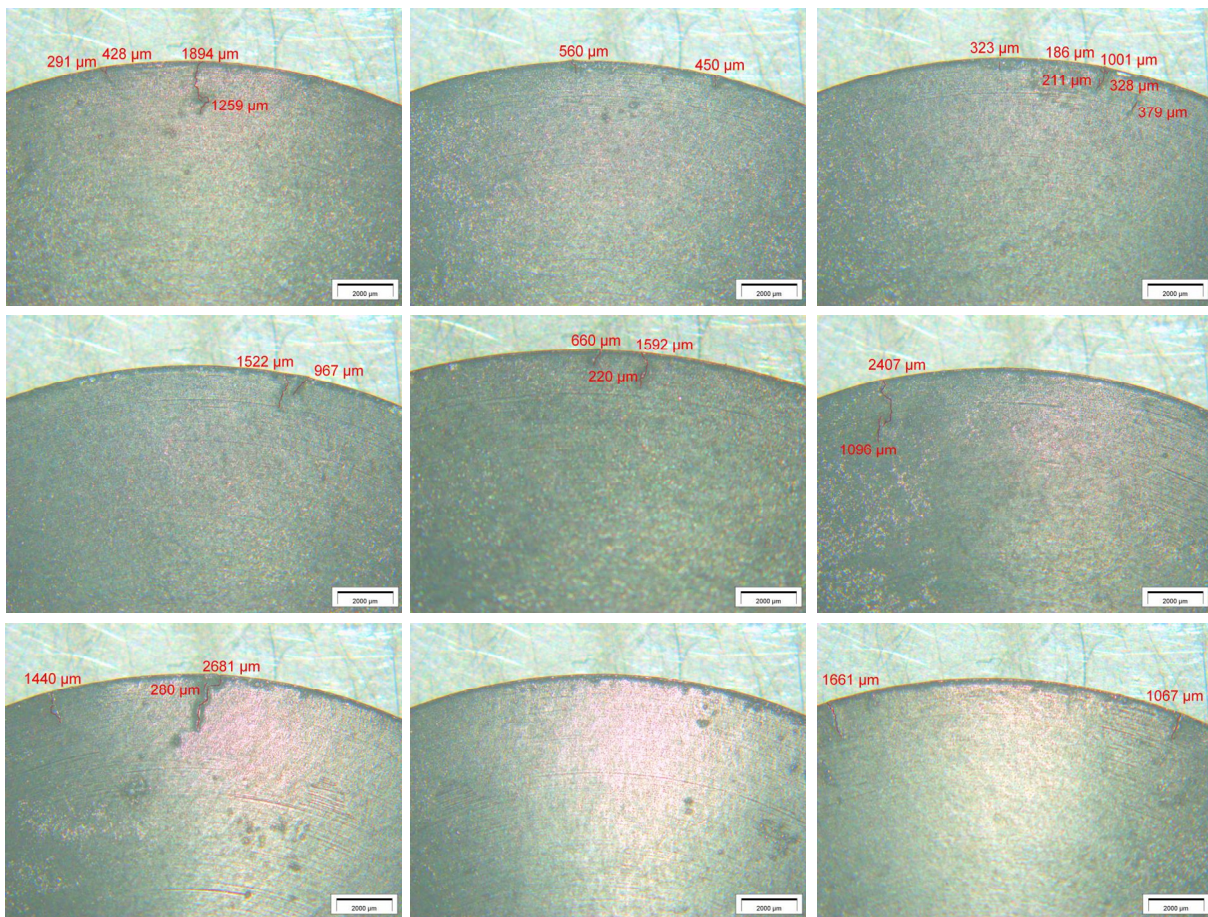
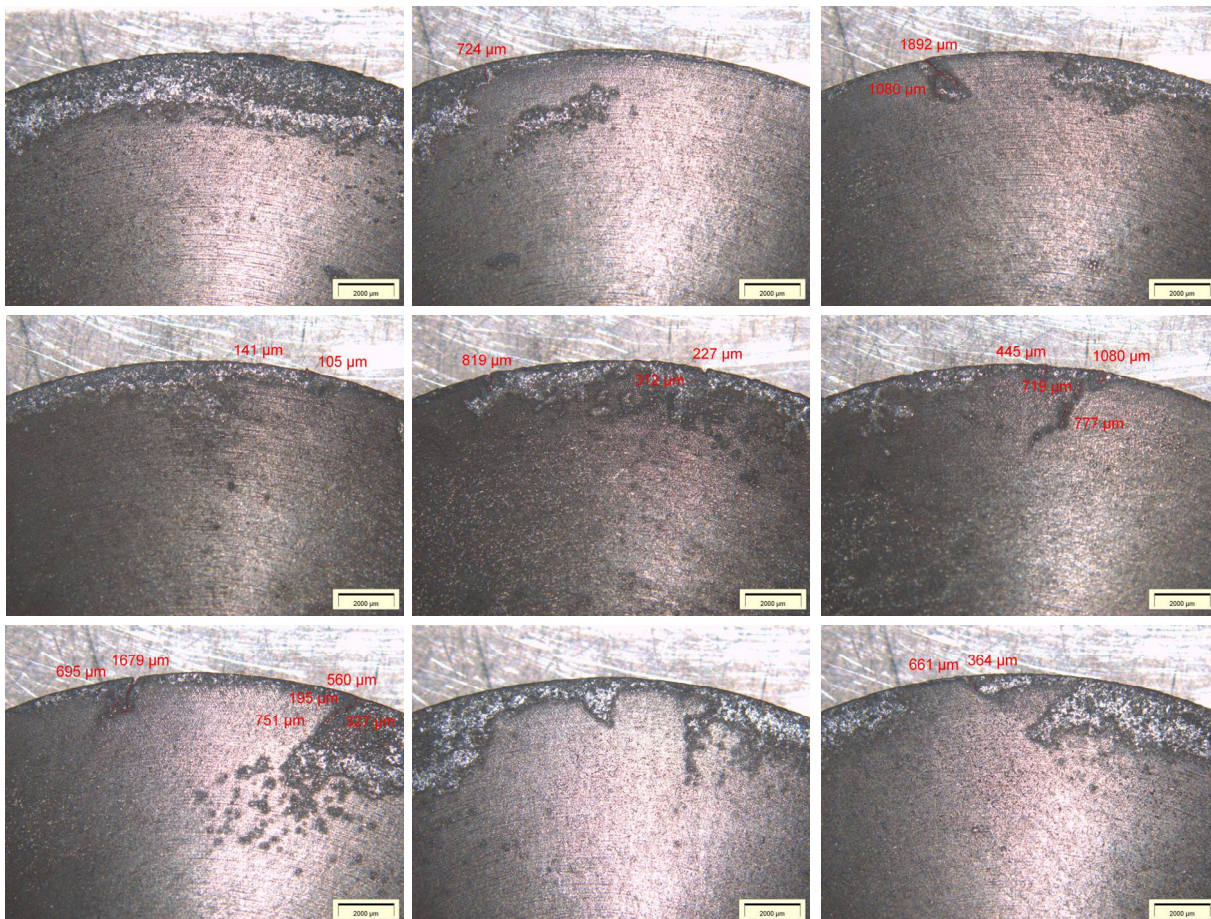


Abbildung 130: D36, 420 Zyklen





**Abbildung 131: D42, 420 Zyklen**



**Abbildung 132: D47, 420 Zyklen**



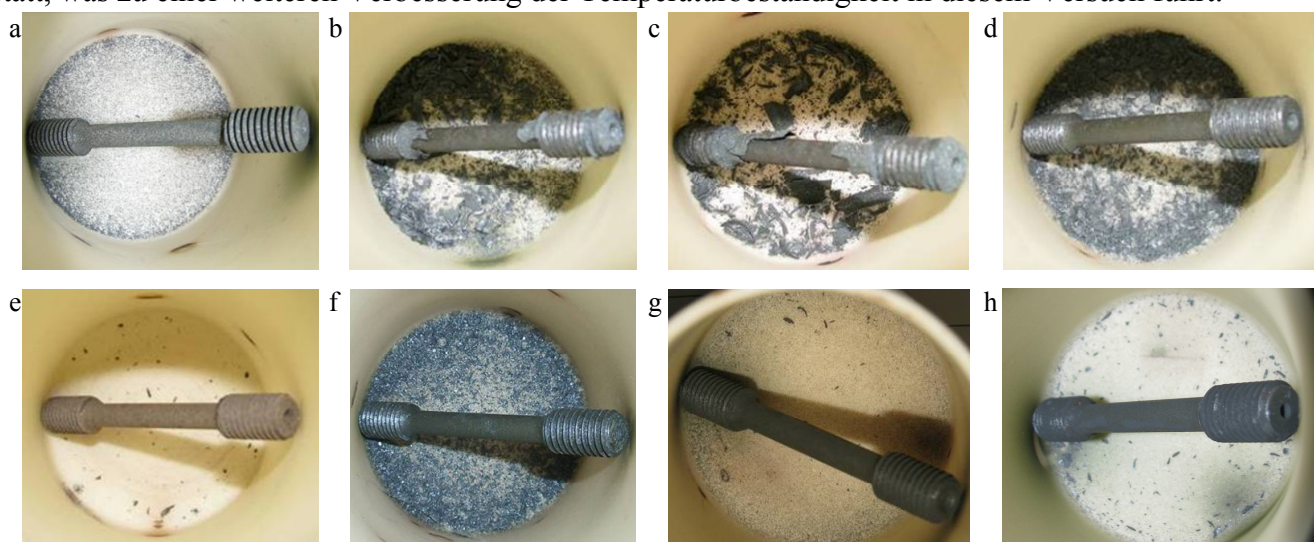
Tabelle 39 gibt einen Überblick zur Anzahl der Risse, des längsten Risses und der Gesamtrisslänge je einer Probe aus den Thermoermüdungsversuchen, bei denen sich D11 und D47 als ähnlich gut beständig herauskristallisieren (siehe dazu auch die Ergebnisse in Kapitel 5.3.2.2).

**Tabelle 39: Laufzeit 72 h, 420 Thermozyklen**

	<b>D11</b>	<b>D34</b>	<b>D35</b>	<b>D36</b>	<b>D42</b>	<b>D47</b>
Anzahl Risse	15	31	32	25	24	20
längster Riss [mm]	2,1	2,6	3	3,4	2,7	1,9
Risslänge [mm]	13,9	32,4	34,5	27,3	22,9	13,3
Bewertung	1	4	6	5	3	1

Auffallend sind die unterschiedlichen Oberflächen bzw. Ränder der Scheibenproben. Dabei können Riefen durch die Bearbeitung, Schmierstoffe, die Zirkonoxid-Kugeln in den Tiegel und selbst Fett von der Haut Ursachen unterschiedlicher Oberflächeneffekte sein. Die oxidierten Proben von D11 und D47 werden in Kapitel 5.3.2.3 näher untersucht.

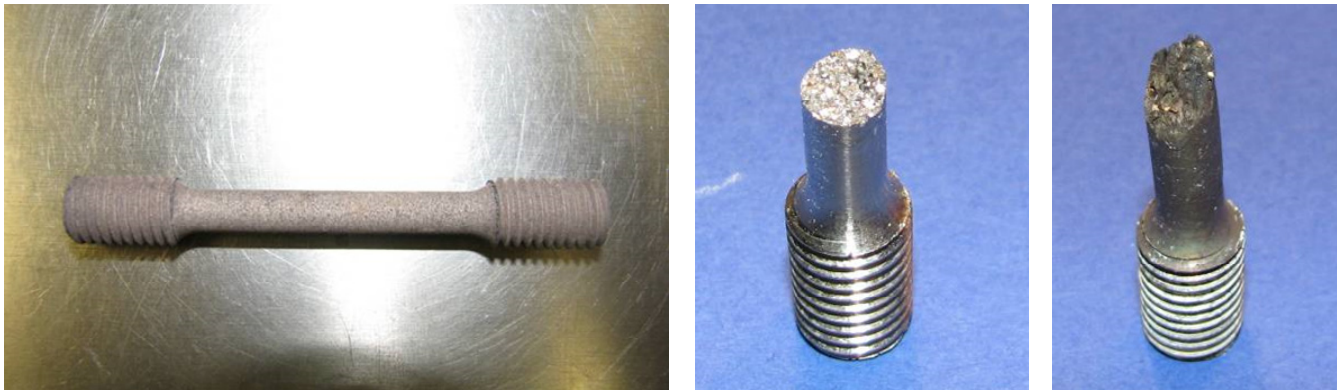
Die Oxidation wird wieder mittels einer 200 h Auslagerung von Zugproben bei 1050°C im Ofen untersucht. Auslagerungen von 100 h bei 700°C zeigen bei diesen Legierungen keine auswertbare Oxidation. Diese Proben werden zur Bestimmung der Versprödung mittels Zugversuch verwendet. In Abbildung 133 a) sind bei 1050°C nur wenige Oxidationsprodukte im Tiegel zu finden. Bei b) und c) führt eine Gefügeveränderung in Kombination mit einer tiefen Oxidation zu großflächigen Abplatzungen aufgrund der unterschiedlichen Ausdehnung zwischen Basis und Oxidationsschicht. Während bei d) ähnlich viele, aber kleinere Oxidationsprodukte entstehen, sind bei e) und g) bzw. h) keine oder nur sehr wenig Partikel vorhanden. Probe f) besitzt kleinere Partikel im Vergleich zu d). Bei den Legierungen D11 und D47 ist ausschließlich feiner Staub im Tiegel. Die Verbesserung der Oxidationsbeständigkeit von D36 auf D42 ist in der Reduzierung des Mn-Gehalts und in der Erhöhung von Chrom und Stickstoff begründet. Von D42 auf D47 findet eine weitere Reduzierung von Mangan statt, was zu einer weiteren Verbesserung der Temperaturbeständigkeit in diesem Versuch führt.



**Abbildung 133: Auslagerung Zugproben 200h 1050°C, a) D11, b) D34, c) D35, d) D36, e) D41, f) D42, g) und h) D47**

In Abbildung 133 h) stammen die beobachteten größeren Partikel vermutlich von benachbarten Proben, die im Tiegel aufgefangen wurden.

Der Werkstoff D41 in Abbildung 134 zeigt eine sehr gute Oxidationsbeständigkeit, jedoch erhöht sich die Sprödigkeit durch das zulegierte Aluminium stark, was sich in einer sehr geringen Dehnung äußert. Das spröde Verhalten ist deutlich im Bruchbild der Zugproben zu beobachten.



**Abbildung 134: Zugprobe D41 a) nach Auslagerung bei 1050°C, b) nach Zugversuch bei Raumtemperatur, c) nach Kriechversuch 1050°C**

Beim Abgießen dieser Legierung aus dem offenen Ofen entsteht sehr viel Schlacke. Es ist nicht geklärt ob dieser offene Abguss die Sprödigkeit durch die Einwirkung von Sauerstoff verursacht. Ein Versuch mit einem Vakuumofen könnte hier Klarheit bringen.

Eine effektive Messung der Gewichtsveränderungen dieser Proben ist aufgrund der Messungenauigkeit nur bedingt aussagekräftig. Hier müssen andere Messmethoden eingesetzt werden. Die Auslagerung stellt jedoch eine einfache Möglichkeit dar, ungeeignete Legierungen wie D34, D35 und D36 auszusortieren.

Weitere Oxidationsuntersuchungen finden mittels einer Auslagerung von Würfeln mit einer Laufzeit von bis zu 400 h bei 1050°C und mittels Thermogravimetrie statt. Hier werden auch die Oberflächen der Proben genauer betrachtet. Allgemein ergeben sich zur Oxidation der Zugproben vergleichbare Resultate. Durch die Auslagerung bei 100, 200 und 400 h können weitere Informationen zum Abplatzen der Schichten gewonnen werden. Aufgrund der negativen Ergebnisse im Kriechversuch und der geringen Festigkeit und Dehnung wird D41 hier nicht weiter berücksichtigt.

In Abbildung 135 a) ist die Oberfläche der Würfelproben silbrig schimmernd und matt gemasert, in b) kann man silbrig schimmernde Flecken erkennen, die sich mit der Zeit auf der ganzen Oberfläche ausbreiten. Hier kann vermutet werden, dass sich die äußerste dünne Fe-O Schicht ablöst und die darunter liegende chromreiche Schicht zum Vorschein kommt. Auch bei D11 lässt sich ein Anwachsen des matten Teils der Probe erkennen. Der gelöste Staub, der sich im Bereich der matten Oberfläche bildet, ist im Tiegel zu finden.

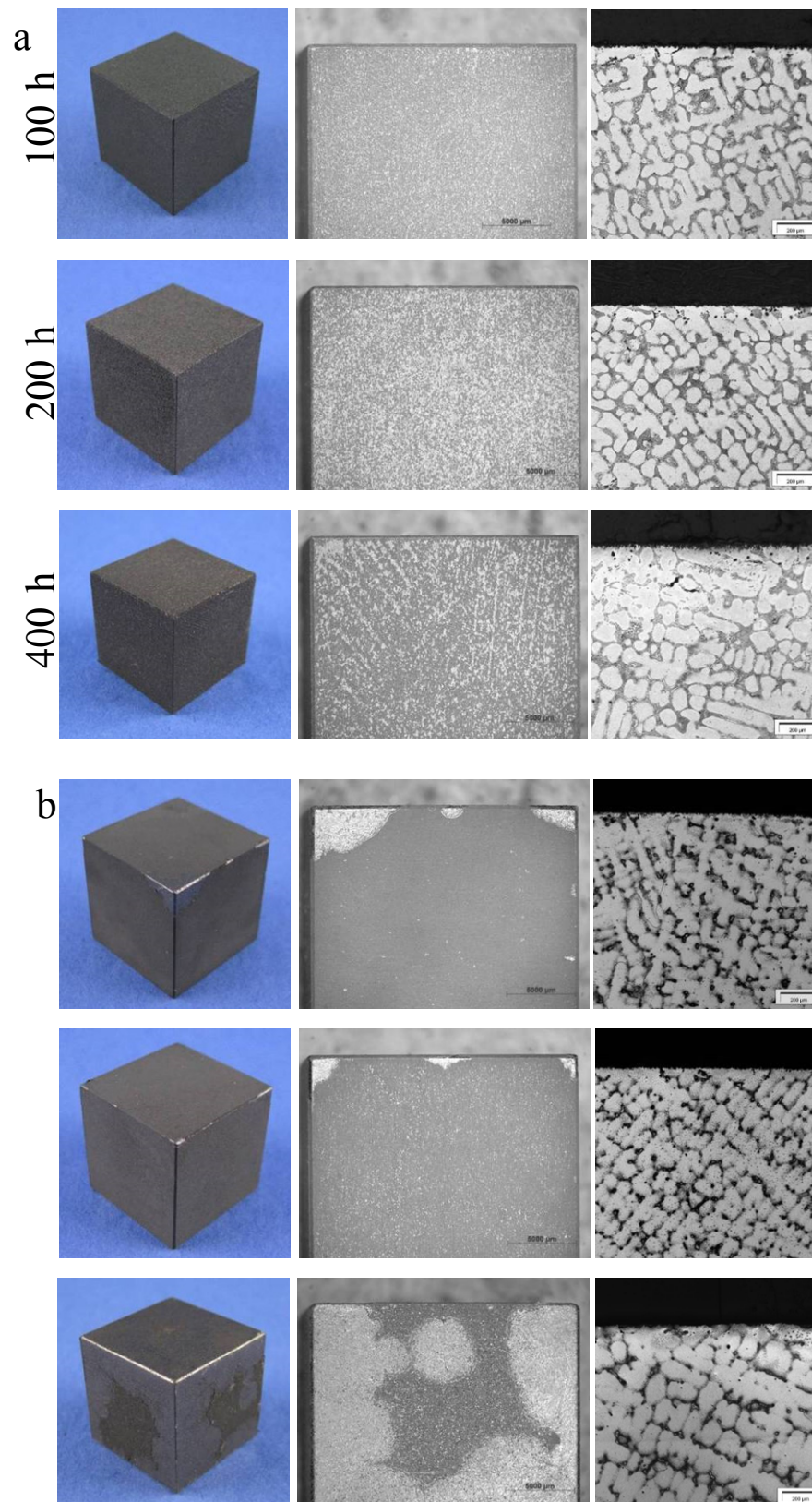


Abbildung 135: a) D11, b) D47

D34 und D35 zeigen besonders großflächige Abplatzungen. In Abbildung 136 a) ist die Oberfläche stark zerklüftet und in b) fällt die äußerste Schicht fast vollständig in dicken Stücken vom Würfel ab.



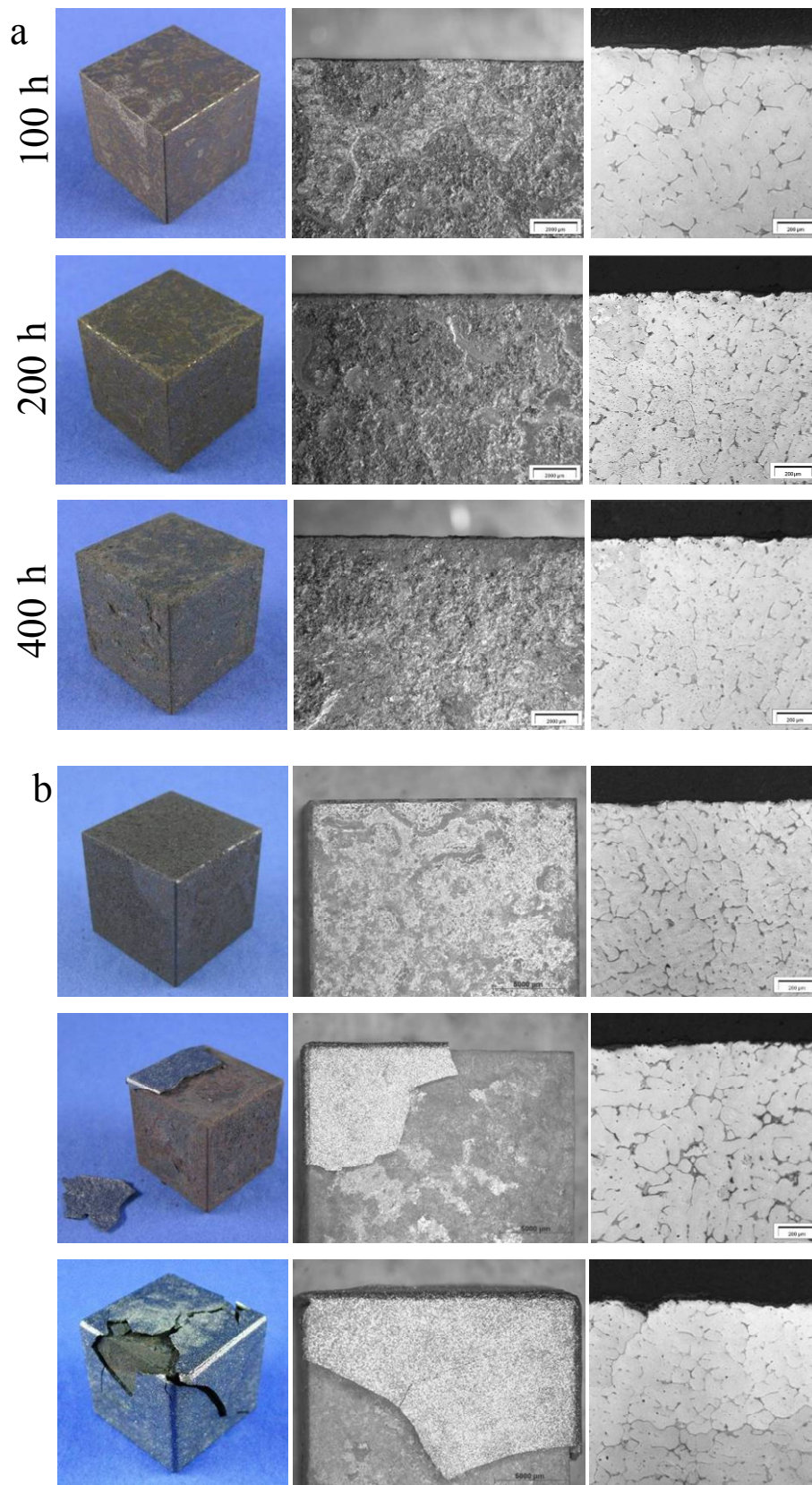


Abbildung 136: a) D34, b) D35

D36 in Abbildung 137 a) zeigt ein ähnliches Verhalten wie D34. Die Oberfläche ist stark zerklüftet. In b) fallen bei D42 blättrige Schichten bereits bei einer Auslagerung von 100 h ab. Mit höheren Auslagerungszeiten vergrößern sich die abgeplatzten Bereiche.



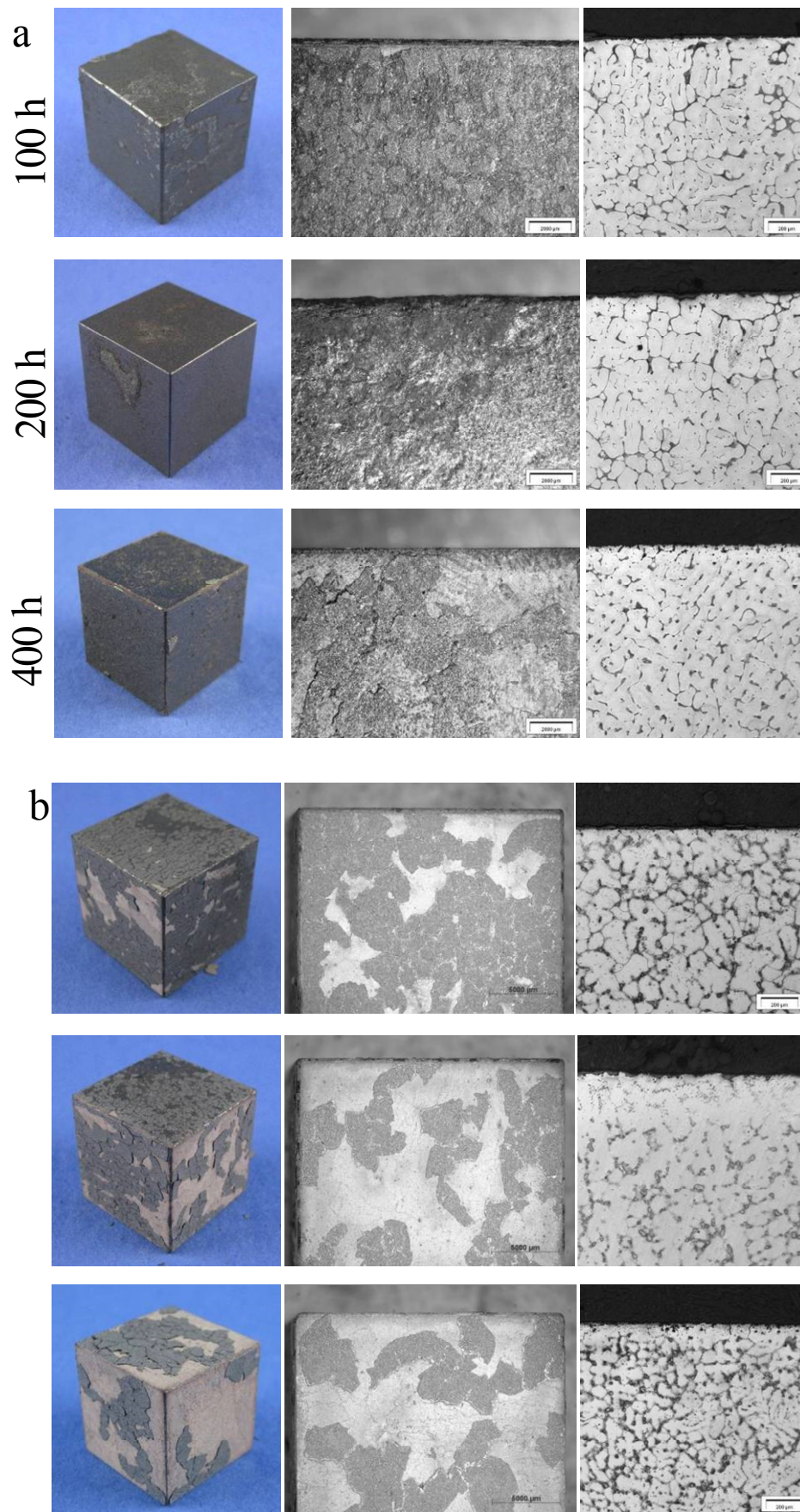
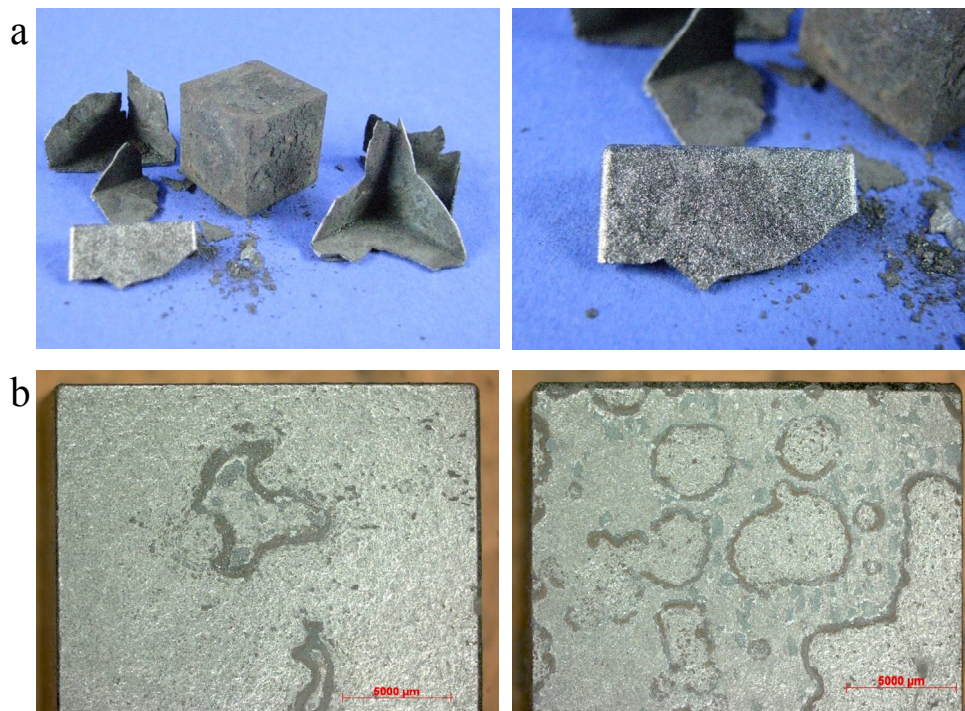


Abbildung 137: a) D36, b) D42

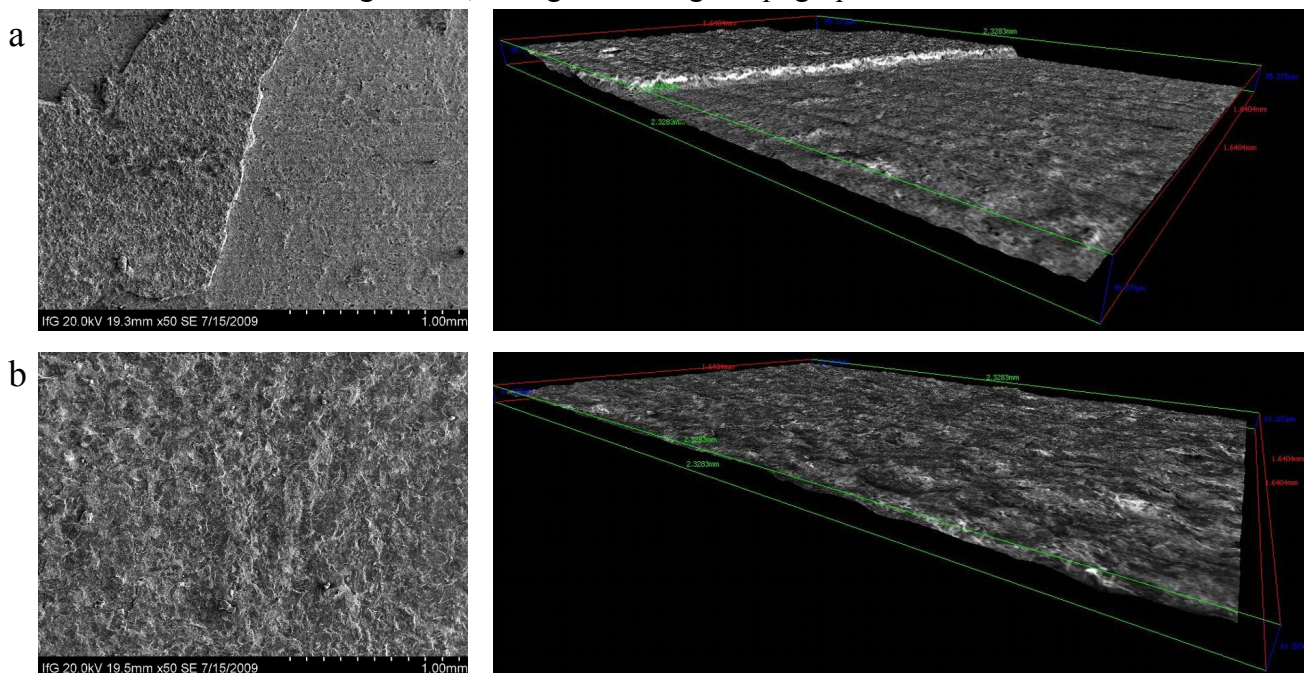
Das Ablösen der äußersten Schicht bzw. die Bildung von Oxidationsinseln ist besonders gut bei D35 und D36 in Abbildung 138 zu beobachten.





**Abbildung 138: a) D35 abgelöste Schicht, b) D36 Bildung von Oxid-Inseln**

Anschließend wird die Topographie zweier Würfel gezeigt. Bei D42 ist die Kante der Oxidschicht zum Matrixgefüge zu sehen. Im Falle von D47 ist die äußerste Schicht bereits nicht mehr vorhanden. In beiden Fällen tritt eine leicht gewellte, aber gleichmäßige Topographie auf.



**Abbildung 139: Topographie a) D42 b) D47**

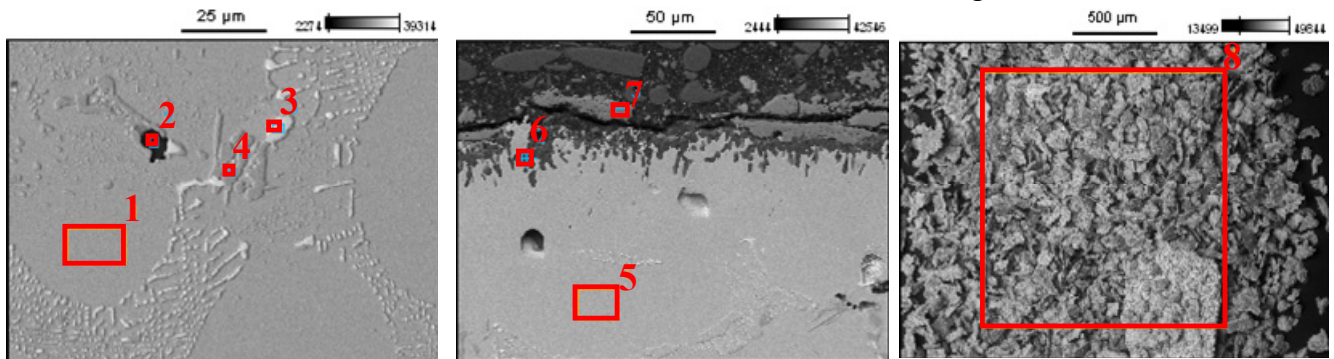
Um den Einfluss der Temperatur auf das Matrixgefüge zu untersuchen, kann dieses mit der Oberflächenschicht und den abgeplatzten Partikeln verglichen werden. Abbildung 140 bis Abbildung 145 zeigen die REM-Bilder, Simulationen und EDX-Ergebnisse der Randoxidationsschicht und der Partikel, die bei 400 h und 1050°C entstehen.

Tabelle 40 beschreibt an dieser Stelle allgemein die Zusammensetzung und Masseanteile von möglichen Karbiden in den untersuchten Legierungen, um den Vergleich zu den folgenden EDX-Analysen zu ermöglichen.  $\text{Fe}_3\text{C}$  stellt hier die thermodynamisch instabilste,  $\text{ZrC}$  die stabilste Verbindung dar [Gobrecht 07].

**Tabelle 40: Masseanteile der Karbide [Gobrecht 07]**

MC	Masseprozent Metall	Masseprozent Kohlenstoff
Fe <sub>3</sub> C	93,3	6,7
Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	91,0	9,0
Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	94,3	5,7
W <sub>2</sub> C	96,8	3,2
WC	93,9	6,1
VC	80,9	19,1
NbC	88,6	11,4
TiC	94,5	5,6
ZrC	88,4	11,6

Bei D11 sind SiO Einschlüsse, NbC und CrC mittels EDX zu finden. In der Simulation werden die Karbide insgesamt mit ca. 4% berechnet. Am Rand zeigt sich ein starker Chromanstieg mit einer darunterliegenden, unregelmäßigen und mit Silizium angereicherten Schicht. Auch ein Anstieg der Kohlenstoffkonzentration ist hier zu beobachten. Die Partikel bestehen hauptsächlich aus Chromoxid. Die Phasensimulation stimmt mit dem betrachteten, realen Aufbau des Gefüges überein.

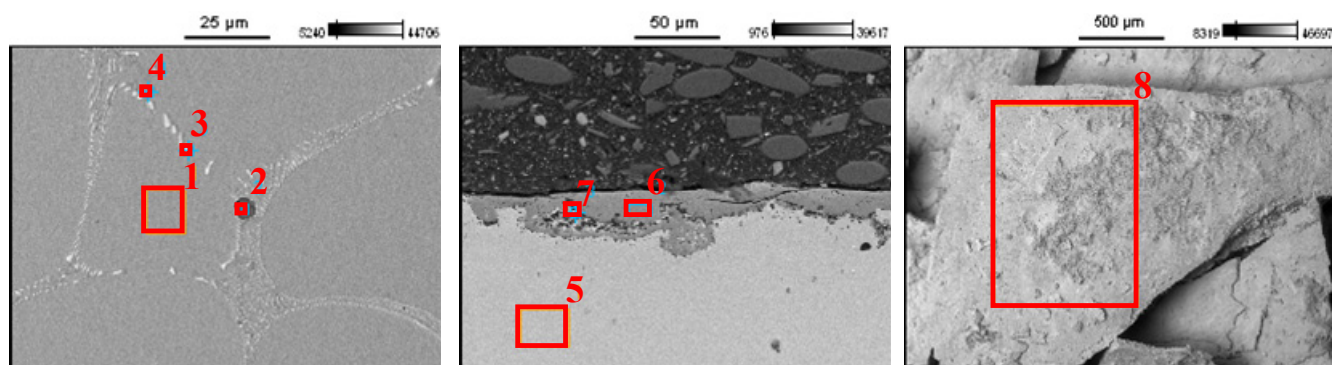


EDX-Analyse												
Gefüge		Fe	Cr	Ni	C	O	Mn	Si	N	Nb	W	S
1		43,1	17,5	37	-	0,9	-	1,6	-	-	-	-
2		7,1	10,6	5,3	-	25,9	-	44,3	-	-	-	-
3		16	22,8	10,9	1,7	-	0,4	0,5	-	47,7	-	-
4		29,8	30,7	21,8	2,3	-	0,5	1,2	-	13,9	-	-
Rand												
5		44,1	15,3	34,8	2	1,2	-	2,1	-	-	-	-
6		12,9	7,3	10	8,7	19,3	-	39,8	-	-	-	-
7		8,5	62,3	5,5	4,2	14,8	0,5	3	-	-	-	-
Partikel												
8		11,3	66,6	3,1	-	8,7	4,5	5	0,07	-	-	-
Simulation 850°C												
Phase	Anteil	Fe	Cr	Ni	C	O	Mn	Si	N	Nb	W	S
1. Austenit	~ 96 %	42,3	18,2	36,9	-	-	-	2,3	-	-	-	-
2. Karbid 1	~ 2,3 %	-	2,3	-	9,1	-	-	-	2	86,4	-	-
3. Karbid 2	~ 1,6 %	8,3	81,7	0,5	8,9	-	-	-	-	-	-	-

**Abbildung 140: D11 Gefüge, Oxidschicht, Partikel**

Im Falle von D34 bestehen die Partikel hauptsächlich aus Oxiden mit der Zusammensetzung CrFeNiO. Die äußerste verbleibende Oxidschicht auf der Probe (Abbildung 141 Stelle 6) ist chromreich. Außerdem sind Bereiche mit hohem Nickelanteil zu finden. Wieder steigt der Kohlenstoffgehalt in Richtung Rand an.

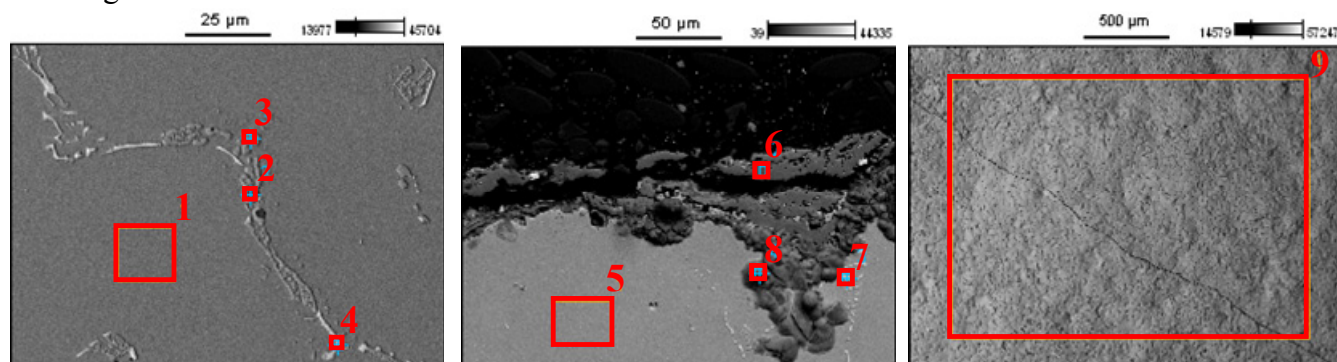




EDX-Analyse											
Gefüge	Fe	Cr	Ni	C	O	Mn	Si	N	Nb	W	S
1	64,1	21,3	11,8	0,8	0,7	0,9	0,5	-	-	-	-
2	34,2	35,8	5,4	1,6	7,3	-	-	-	1,1	-	0,6
3	42,3	18,5	7,2	2,7	-	0,7	-	-	29,6	-	-
4	37,8	50,1	6,3	3,6	1,3	0,9	-	-	-	-	-
Rand											
5	62,4	19,8	10,7	2,7	1	1,5	1,3	-	-	-	-
6	32,6	42,7	3,7	3,4	11,1	1,3	2	-	-	-	-
7	14,9	7,7	64,9	6,6	2,1	-	1,7	-	-	-	-
Partikel											
8	30	45,1	8,6	-	11,9	0,8	1,3	2,2	-	-	-

Abbildung 141: D34 Gefüge, Oxidschicht, Partikel

Im Gegensatz dazu befindet sich in der kompakten, großflächig bereits komplett abgeplatzten Schicht bei D35 (Abbildung 142) sehr wenig Chrom. Der Aufbau sowohl des Gefüges als auch der Randschicht sind vergleichbar zu D34.

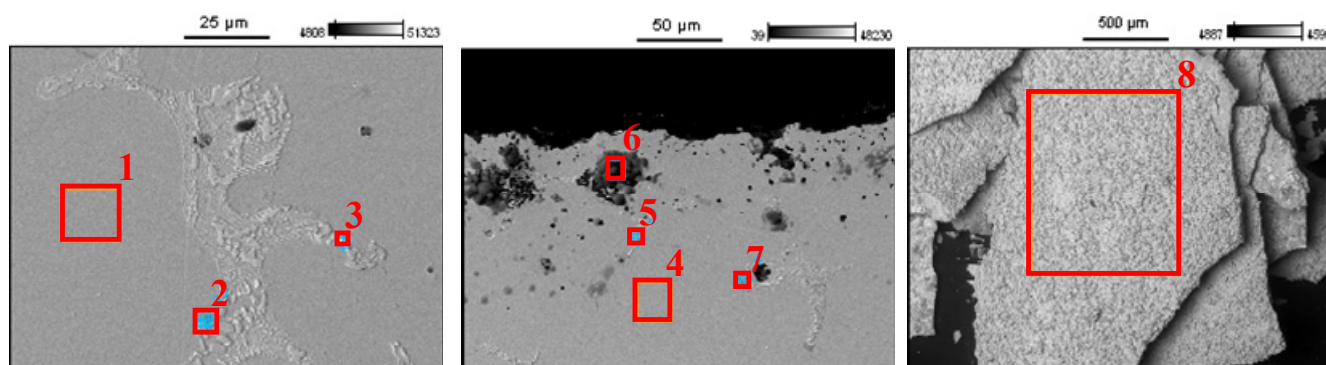


EDX-Analyse											
Gefüge	Fe	Cr	Ni	C	O	Mn	Si	N	Nb	W	S
1	64,1	20,6	11,6	1,1	0,8	1,1	0,7	-	-	-	-
2	58,7	22,3	9,6	2,5	-	-	0,5	-	-	-	-
3	44,6	42,4	7,2	2,5	1,1	0,9	1,2	-	-	-	-
4	62,5	21,3	11,5	2,1	0,8	0,9	0,7	-	-	-	-
Rand											
5	61,6	20,5	10,8	2,4	1,2	1	1,5	-	-	-	-
6	39,4	35,7	3,1	5,3	10,9	0,7	2,1	-	-	-	-
7	55,5	18,3	11,1	3,7	2,1	0,7	1,7	-	5,2	-	-
8	51,6	13,6	14,2	4,7	5,6	0,6	1,8	-	-	-	-
Partikel											
9	65,3	0,5	20,5	-	9,7	3,7	0,1	-	-	-	-

Abbildung 142: D35 Gefüge, Oxidschicht, Partikel

Auch bei D36 und D42 lässt sich sehr wenig Chrom auf der Oberfläche der abgeplatzten Schichten, bzw. in den Partikeln finden, die größtenteils aus Eisen bestehen.

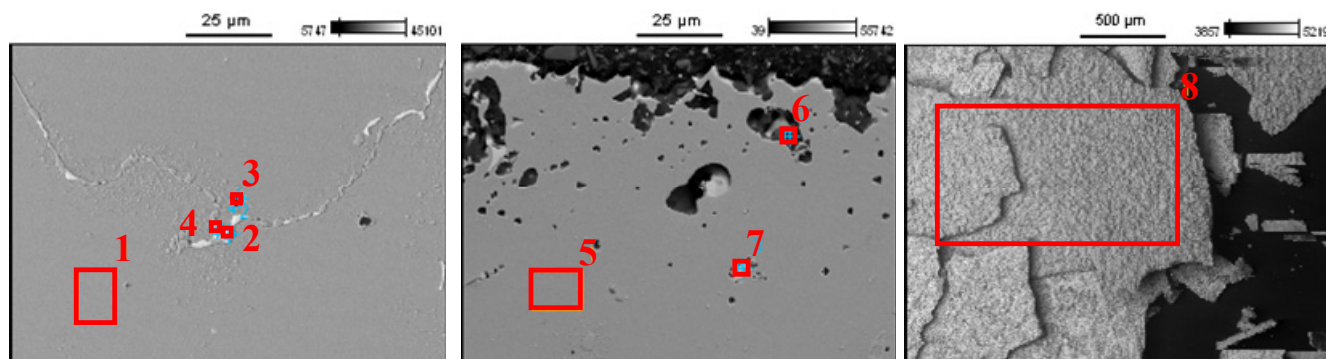




EDX-Analyse											
Gefüge	Fe	Cr	Ni	C	O	Mn	Si	N	Nb	W	S
1	64,3	20,6	11,8	0,8	0,8	0,8	1,1	-	-	-	-
2	36,5	50,3	5,9	3,2	1,1	1,3	1,7	-	-	-	-
3	31,2	14,1	2,5	2,1	-	0,4	0,6	-	45,8	-	-
Rand											
4	62,4	19,2	11,1	3,7	1,2	0,9	1,5	-	-	-	-
5	40,5	12,4	7,2	6,2	1,7	0,4	1,1	-	30,2	-	-
6	44,9	7,6	8	15,2	11,8	-	3,7	-	2	-	-
7	27,1	19	4,4	9,3	-	25,1	1	-	-	-	14
Partikel											
9	79,4	3,1	5	-	7	3,5	0,7	-	0,8	-	-

Abbildung 143: D36 Gefüge, Oxidschicht, Partikel

Auffällig sind in Abbildung 144 die dunklen Bereiche, die sich bei D42 als SiO Teilchen (Stelle 6) herausstellen.



EDX-Analyse											
Gefüge	Fe	Cr	Ni	C	O	Mn	Si	N	Nb	W	S
1	60,6	22	11,3	4	0,8	0,2	1,2	-	-	-	-
2	28,6	21	5,5	2,2	-	0,3	0,6	-	40,8	-	-
3	72	24,8	-	1,5	0,5	0,1	1,2	-	-	-	-
4	52,4	30,9	9,9	4,4	1,2	-	1,2	-	-	-	-
Rand											
5	63,8	21,1	11,8	1,3	0,8	0,1	1,1	-	-	-	-
6	21,1	6,5	2,9	4,5	19,8	0,2	44,6	-	-	-	-
7	5,1	3,8	0,9	17,7	0,5	-	0,5	-	68,7	-	-
Partikel											
8	66,7	8,3	12,2	-	8,4	2,7	1,1	-	0,5	-	-

Abbildung 144: D42 Gefüge, Oxidschicht, Partikel

Bei D47 bestehen die Partikel aus CrFeNiO. Die Nb-Ausscheidungen im Gefüge beinhalten ca. 2 Gew. % Kohlenstoff. Dies spiegelt sich auch in der Simulation wieder, wobei bei beiden Temperaturen ein deutlich geringerer Niobanteil angegeben wird. Bei einem Vergleich der stabilen Phasen aus der Simulation bei 850°C und 950°C ist eine deutliche Verringerung der stabilen Karbide von ca. 10 auf ca. 4% zu erkennen. Dies bedeutet, dass sich die Karbide bei niedrigen Temperaturen bilden und bei hohen Temperaturen in Verbindung mit langen Haltezeiten wieder zerfallen könnten.

Dasselbe lässt sich auch bei Gefügeuntersuchungen geprüfter Turboladergehäuse in Kapitel 5.4.2.2 teilweise im Randbereich erkennen. Interessant ist, dass laut Simulation kein Kohlenstoff im Austenitgitter zwangsgelöst ist. Mittels EDX wird ca. 1,6 Gew.-% (Stelle 1) gemessen. Diese Untersuchung wird im TEM im Kapitel 5.3.1 wiederholt, da EDX mit seiner Eindringtiefe für derartige Untersuchungen eine zu geringe Auflösung besitzt.

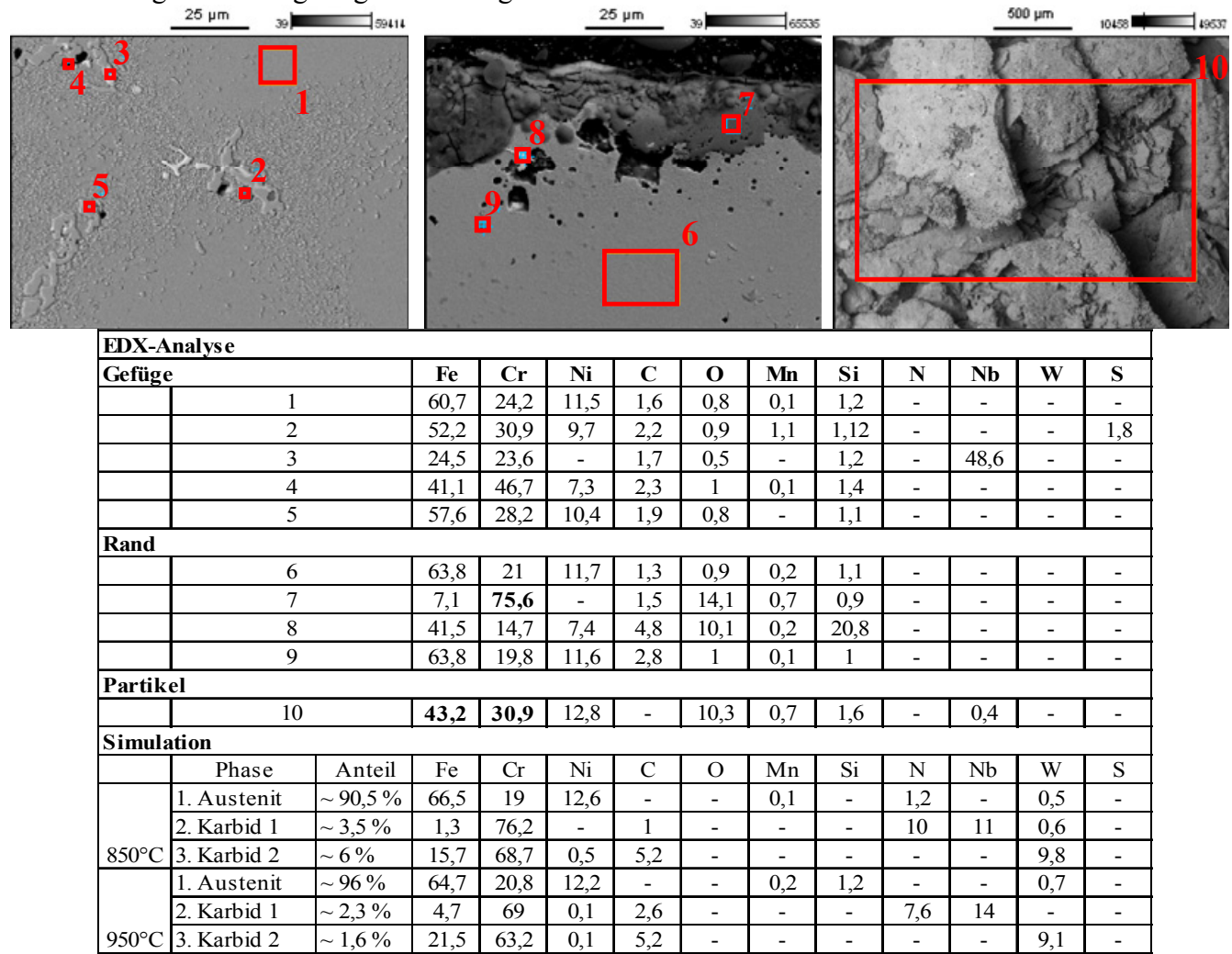


Abbildung 145: D47 Gefüge, Oxidschicht, Partikel

Mittels Thermogravimetrie wird das Oxidationsverhalten ergänzend untersucht. Hier werden eventuelle Abplatzungen der Proben komplett im Tiegel aufgefangen und die Proben mit ihren Oxidationsprodukten genau abgewogen. Die Einlagerung von Sauerstoff im Randgefüge führt zu einer Gewichtserhöhung, die im folgenden Diagramm prozentual dargestellt ist.

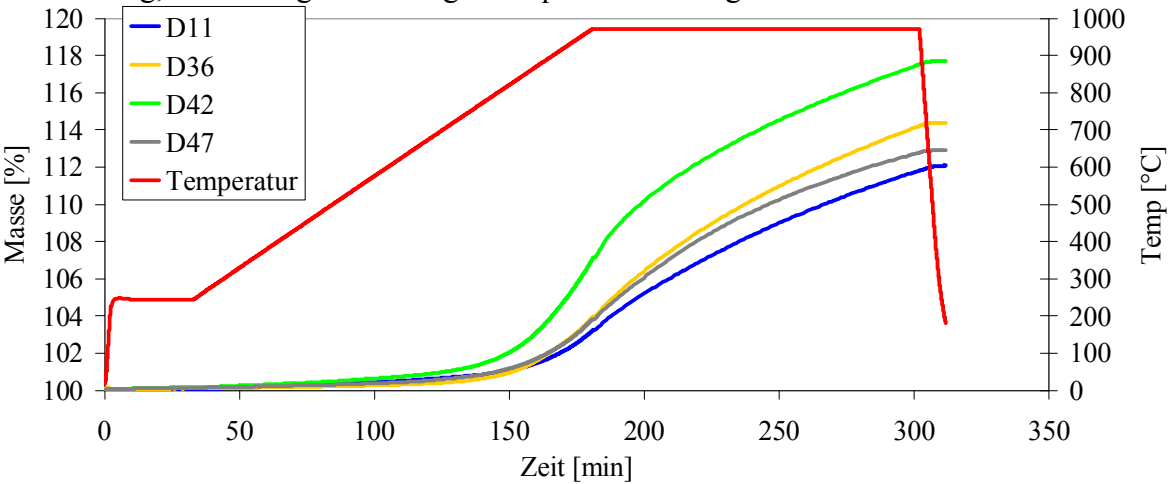


Abbildung 146: Thermogravimetrie 5 h bei max. 990°C

Da hier alle eventuell anfallenden Partikel mitgewogen werden, kommt es zu einer verschobenen Abstufung im Vergleich zu den bereits aufgeführten Versuchen. D42 zeigt vergleichend ein eher negatives Oxidationsverhalten. Dieser Versuch zeigt, dass die hier verwendeten Proben alle eine Gewichtszunahme von größer 10% durch die Einlagerung von Sauerstoff erfahren, und dies aufgrund des Untersuchungsaufbaus ein von den Auslagerungsversuchen stark abweichendes Ergebnis darstellt. Die Daten der hier genannten Werkstoffe zeigen, dass D47 im Vergleich zu D11 vergleichbare oder bessere Werkstoffdaten hinsichtlich Festigkeit, Oxidation und thermischer Ermüdung liefert. D34, D35, D36 und D42 fallen deutlich zurück.

Anschließend werden weitere Informationen zu den einzelnen Legierungselementen aufgeführt und erläutert.

## 5.2.2 Weitere werkstoffliche Erkenntnisse

Analog zur vorangegangenen Legierungsgegenüberstellung wird das Thema mit weiteren Vergleichen der Werkstoffgruppen und Informationen zu den einzelnen Legierungselementen abgeschlossen.

Mittels der Werkstoffe D2, D6 und D11 (Tabelle 41) kann der Einfluss des Nickels auf das Gefüge und dessen Eigenschaften näher betrachtet werden.

Tabelle 41: Zusammensetzung D2, D6, D11

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D2	10,3	21,3	0,36	0,02	1,99	0,01	517	1,1	0,05	-
D6	22,9	25,2	0,42	0,04	1,96	0,65	464	0,08	0,01	0,42 Mo
D11	35,3	18,9	0,37	0,11	2,25	1,67	793	0,11	0,01	0,05 Mo

D2 weist bereits mit einem Nickelgehalt von 10,3 Gew.-% ein voll austenitisches Gefüge auf (Abbildung 147). Da hier nur wenige Niobausscheidungen zu finden sind, besteht das Karbidnetzwerk hauptsächlich aus CrC. Mittels der Farbätzung Beraha II wird der Karbidsaum am Rand der Dendriten deutlich sichtbar.

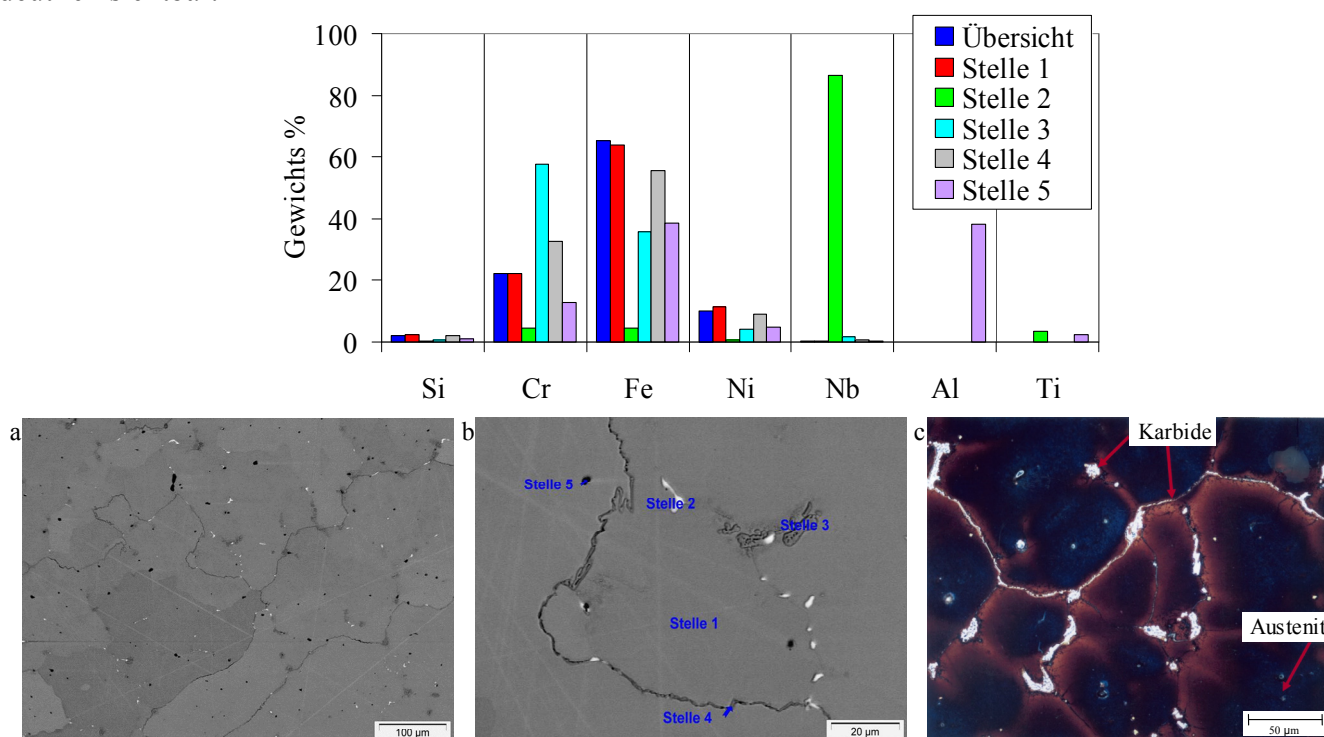


Abbildung 147: Gefüge D2 a) und b) REM, c) Beraha II

Ein wesentlicher Unterschied im Gefüge lässt sich bei D6 in Abbildung 148 mit 23 Gew.-% Ni nicht finden. Wie D2 weist auch D6 einen dendritischen Gefügebau auf. Jedoch kann hier die versprödet wirkende und damit unerwünschte Sigma-Phase im Gefüge gefunden werden. Wie bereits in Tabelle 7 (Kapitel 3.1.2) beschrieben, kann das Legierungselement Molybdän für deren Bildung verantwortlich sein. Sie bewirkt bei der Murakami-Ätzung (c) eine Blaufärbung.

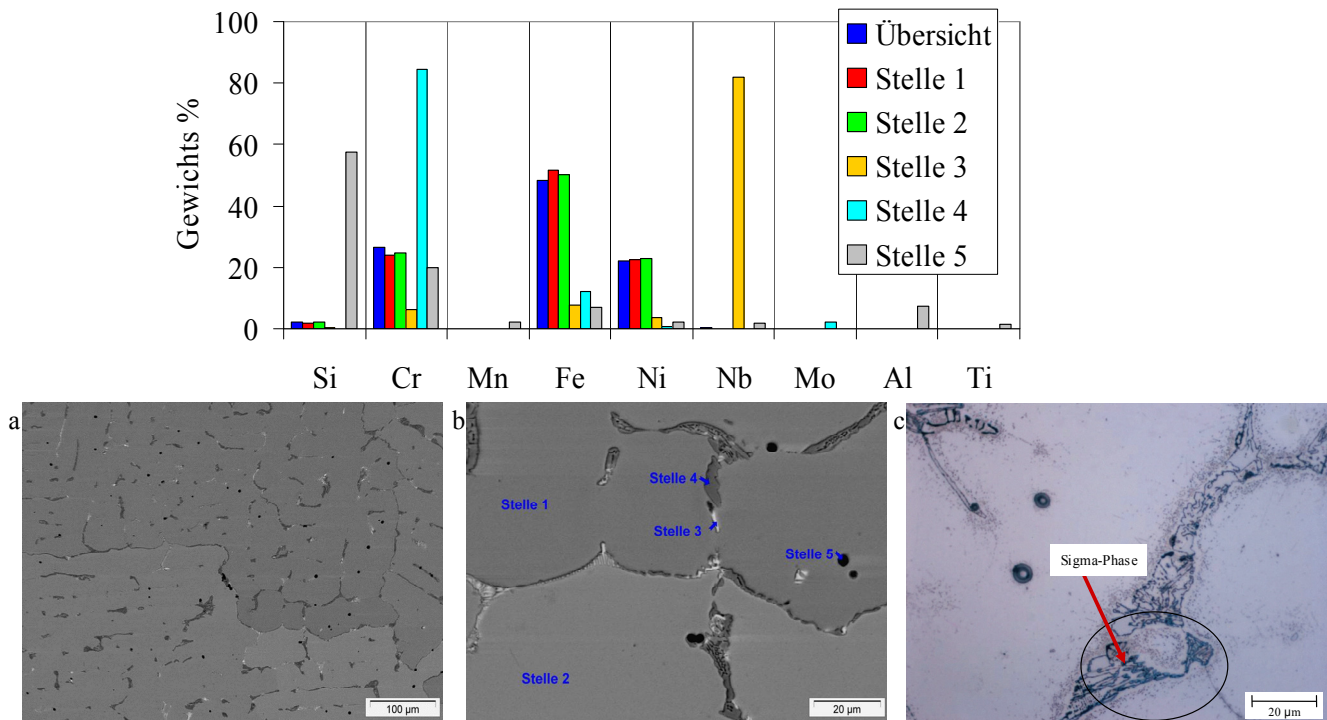


Abbildung 148: Gefüge D6, a) und b) REM, c) Murakami: Sigma-Phase

Im Vergleich zu D2 und D6 besitzt D11 mit 35,5 Gew.-% den höchsten Nickelgehalt. In der austenitischen Matrix selbst in Abbildung 149 ist dies optisch nicht zu erkennen, da sich Nickel in das kfz. Gitter einbaut und die Ausscheidungen kaum beeinflusst. Die Unterschiede im Gefüge sind vor allem in der Zahl, Art und Form der interdendritischen Bestandteile zu sehen. Besonders das Karbidnetzwerk der Niobausscheidungen ist charakteristisch für diesen Werkstoff. Nickel selbst ist nur in sehr geringen Mengen in den Ausscheidungen zu finden. Bei D11 wird dies in Kapitel 5.3.1 näher betrachtet.

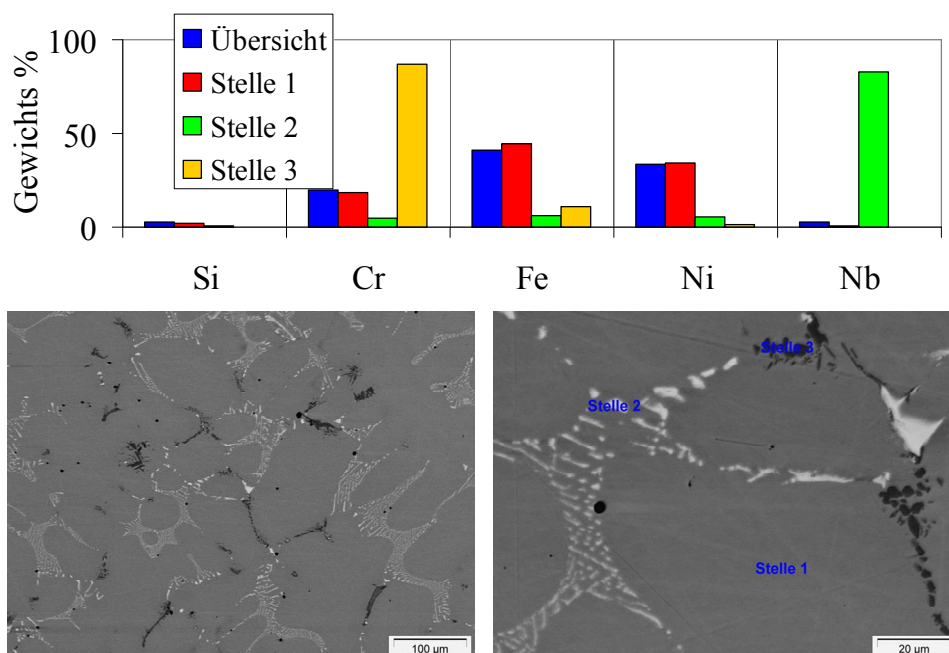


Abbildung 149: Gefüge D11



Der Aufbau der Dendriten ist nach Abbildung 150 äußerst gleichmäßig. Eisen, Chrom und Nickel weisen keine Mikroseigerungen im Querschnitt der Dendritenäste auf. Die annähernd lamellenförmigen Niobausscheidungen sind deutlich zu erkennen.

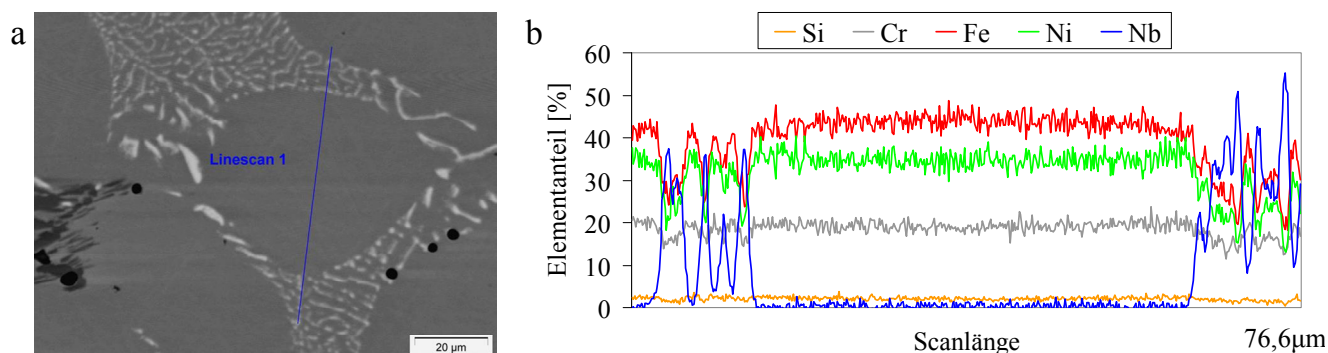


Abbildung 150: D11 Dendriten

Die folgenden beiden Tabellen und Abbildung 151 zeigen die Zug- und Kriechversuche von D2, D6 und D11 im Vergleich. Während zwischen D6 und D11 kein deutlicher Unterschied in der Zugfestigkeit bei hohen Temperaturen zu erkennen ist, fällt D2 mit dem niedrigeren Nickelgehalt ca. 10 N/mm<sup>2</sup> ab. Bei Raumtemperatur ist jedoch ein Festigkeitsanstieg von ca. 100 N/mm<sup>2</sup> zu finden, was sich mit dem Trend aus der Literatur in Abbildung 9 (Kapitel 3.1.2) deckt. Durch den erhöhten Nickelgehalt sinkt die Zugfestigkeit.

Tabelle 42: Zugversuche D2, D6, D11

Werkstoff	Temp [°C]	R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	R <sub>p0,2</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	E [kN/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]	A [%]
D2	25	578	301	163	27	27
D6		461	263	177	11	11
D11		479	260	131	10	10
D2	1050	59	54	n/a		
D6		70	64			
D11		72	66			

Auffällig bei D6 ist jedoch eine deutliche Versprödung. Die Dehnung nach der Auslagerung von 200h bei 1050°C fällt auf ca. 2% ab. Die beiden anderen Werkstoffe zeigen ein unauffälliges Verhalten.

Tabelle 43: Zugversuche nach Auslagerung D2, D6, D11

Werkstoff	R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]	Auslagerung 100 h 700°C		Auslagerung 200 h 1050°C	
			R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]	R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]
D2	578	27	667	14	500	12
D6	461	11	458	4	417	2
D11	479	10	518	5	449	7

Bei D6 könnte insbesondere ca. 0,5 Gew.-% Mo für die Versprödung verantwortlich sein.

Auch zwei Varianten von D6 (D7 und D8) zeigen eine deutliche Versprödung (siehe dazu Tabelle 52). D2 und D6 sind ähnlich beständig gegen Kriechen. Mit dem höchsten Nickel- und Niobgehalt hat D11 hier bei 1050°C die höchste Kriechbeständigkeit und versagt erst bei 50 N/mm<sup>2</sup>.

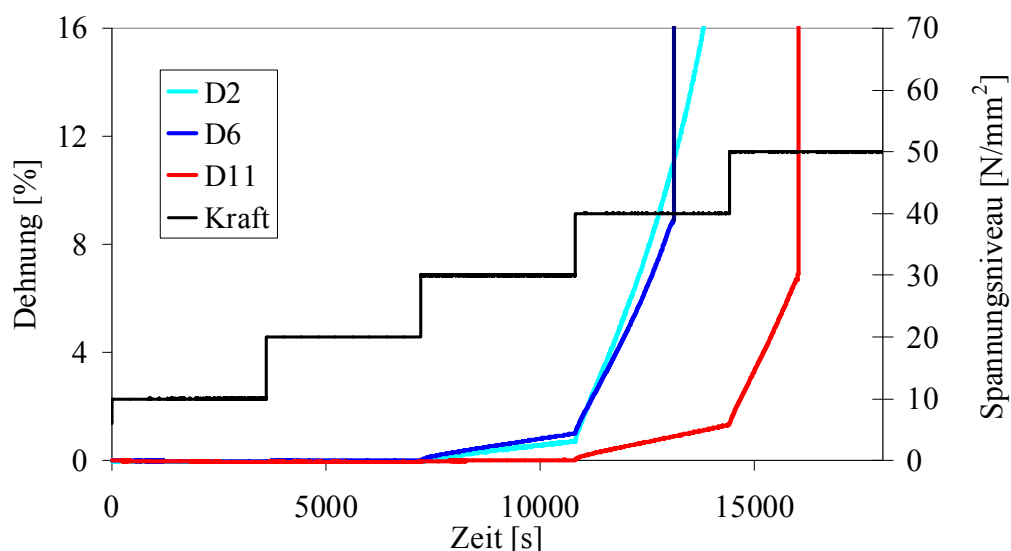


Abbildung 151: Kriechversuche D2, D6, D11

Bei der Oxidationsbeständigkeit zeigen D6 und D11 aufgrund des erhöhten Nickelgehalts bessere Ergebnisse und weniger Oxidationsprodukte als D2.



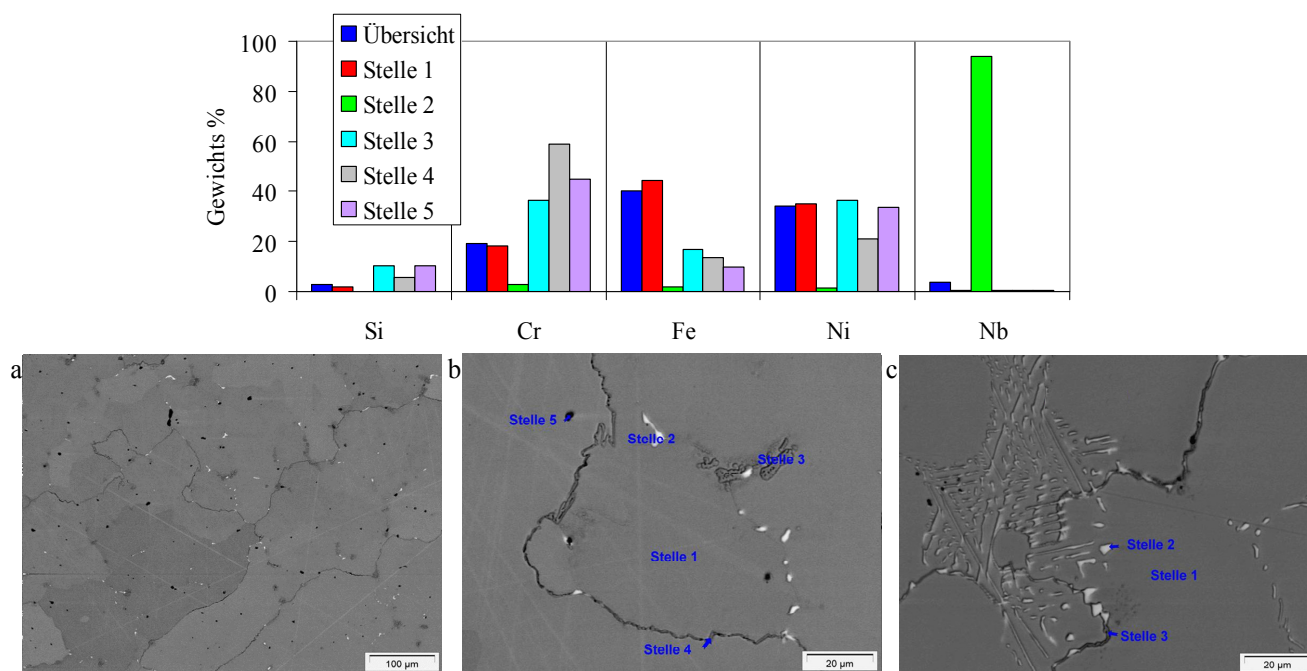
Abbildung 152: a) D2, b) D6, c) D11

Während die Proben von D11 im Schwerkraft-Sandguss hergestellt werden, ist D15 unter Vakuum in eine Kupferkokille vergossen. Da auch andere Legierungen mit diesem Verfahren hergestellt wurden, ist es nötig D11 und D15 genauer zu untersuchen, um den Einfluss der jeweiligen Gießtechnik aufzuzeigen. Zum besseren Vergleich wird hier D12 als Werkstoff mit reduziertem Nickelgehalt mit in die Reihe aufgenommen.

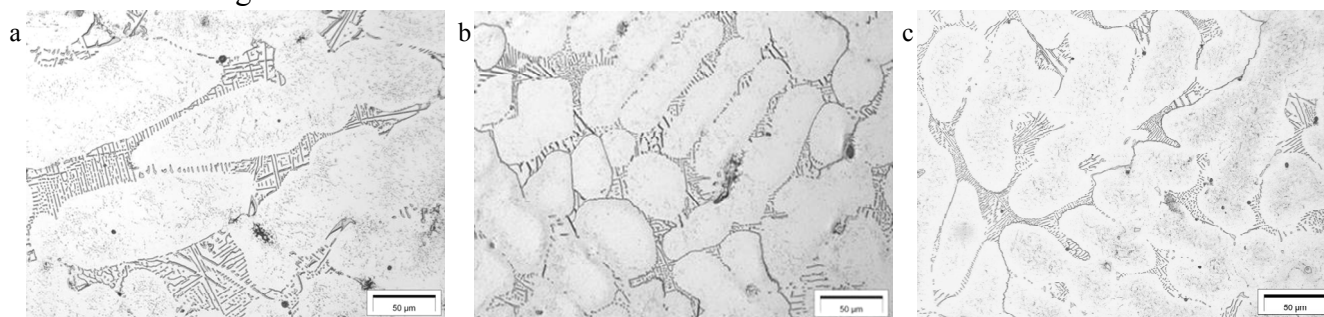
Tabelle 44: Zusammensetzung D11, D15, D12

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D11	35,3	18,9	0,37	0,11	2,25	1,67	793	0,11	0,01	0,05 Mo
D15	36,2	17,9	0,28	0,11	2,37	1,84	43	0,14	0,01	-
D12	<b>13,5</b>	17,4	0,34	0,02	2,3	1,59	352	0,07	0,01	-

Bei D15 ist durch die Kokille eine schnellere Abkühlung gegeben. Dies resultiert in einem feineren Gefüge. Der dendritische Aufbau ist deutlich sichtbar. Das Karbidnetzwerk besteht vergleichbar zu D11 aus CrC und NbC (Abbildung 153).



Bei D12 in Abbildung 154 wird ausschließlich der Nickelgehalt im Vergleich zu D11 auf 13,5 Gew.-% reduziert. Im Gefügebau und dessen Bestandteilen lässt sich kein deutlicher Unterschied erkennen.



Auch bei den Zugversuchen sind die Legierungen in der Festigkeit bei 1050°C vergleichbar. Mit 10% hat D11 jedoch die geringste Dehnung.

**Tabelle 45: Zugversuche D11, D12, D15**

Werkstoff	Temp [°C]	R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	R <sub>p0,2</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	E [kN/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]	A [%]
D11	25	479	260	131	10	10
D12		521	273	168	21	21
D15		547	249	138	25	25
D11	1050	72	66	n/a		
D12		69	62			
D15		70	63			

Bei den ausgelagerten Zugproben sind keine kritischen Versprödungen, d.h. keine Bruchdehnungen kleiner 5% zu erkennen.

**Tabelle 46: Zugversuche nach Auslagerung D11, D12, D15**

Werkstoff	R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]	Auslagerung 100 h 700°C		Auslagerung 200 h 1050°C	
			R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]	R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]
D11	479	10	518	5	449	7
D12	521	21	620	16	486	15
D15	547	25	578	8	545	19

Während in der Kriechbeständigkeit bei D11 und D15 nur geringe Unterschiede zu erkennen sind, fällt D12 deutlich ab. Die Dehnung in Stufe 4 bei 40 N/mm<sup>2</sup> steigt bis zum Versagen der Probe an.

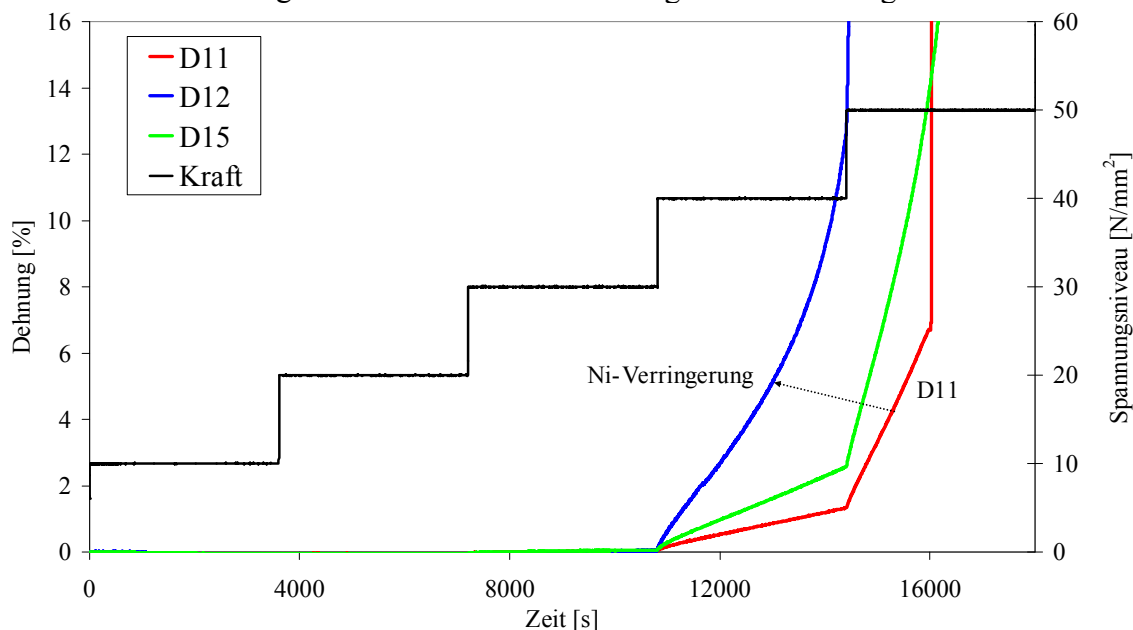


Abbildung 155: Kriechversuche 1050°C

Die Menge und Größe der Oxidationsprodukte sind bei D11 und D15 vergleichbar. Die Nickelreduzierung bei D12 wirkt sich analog zu den Kriechversuchen auch negativ auf die Oxidationseigenschaften aus und führt deshalb zu einer höheren Anzahl an Partikeln im Tiegel.



Abbildung 156: a) D11, b) D15, c) D12

Anhand der Legierungen D3, D4 und D5 kann der Einfluss von Cr, Nb, N und tendenziell C untersucht werden. Besonderes Augenmerk liegt hier auf dem Kriechen und dem Einfluss der Karbidverteilung.

Tabelle 47: Zusammensetzung D3, D4, D5

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D3	11,6	20,8	<b>0,07</b>	0,02	1,52	0,01	1916	0,53	0,01	0,054 Ce
D4	11,7	24,3	<b>0,07</b>	0,02	1,46	0,1	2746	0,49	0,01	0,015 Ce, 0,11 Mo
D5	12,2	20,9	<b>0,13</b>	0,03	1,43	<b>1,61</b>	1914	0,54	0,01	0,11 Mo

Bei D3 und D4 ist im Gefüge kein Karbidnetzwerk erkennbar. Die Karbidausscheidungen besonders an den Korngrenzen haben jedoch einen großen Einfluss auf die Hochtemperaturfestigkeit, insbesondere die Kriechbeständigkeit.



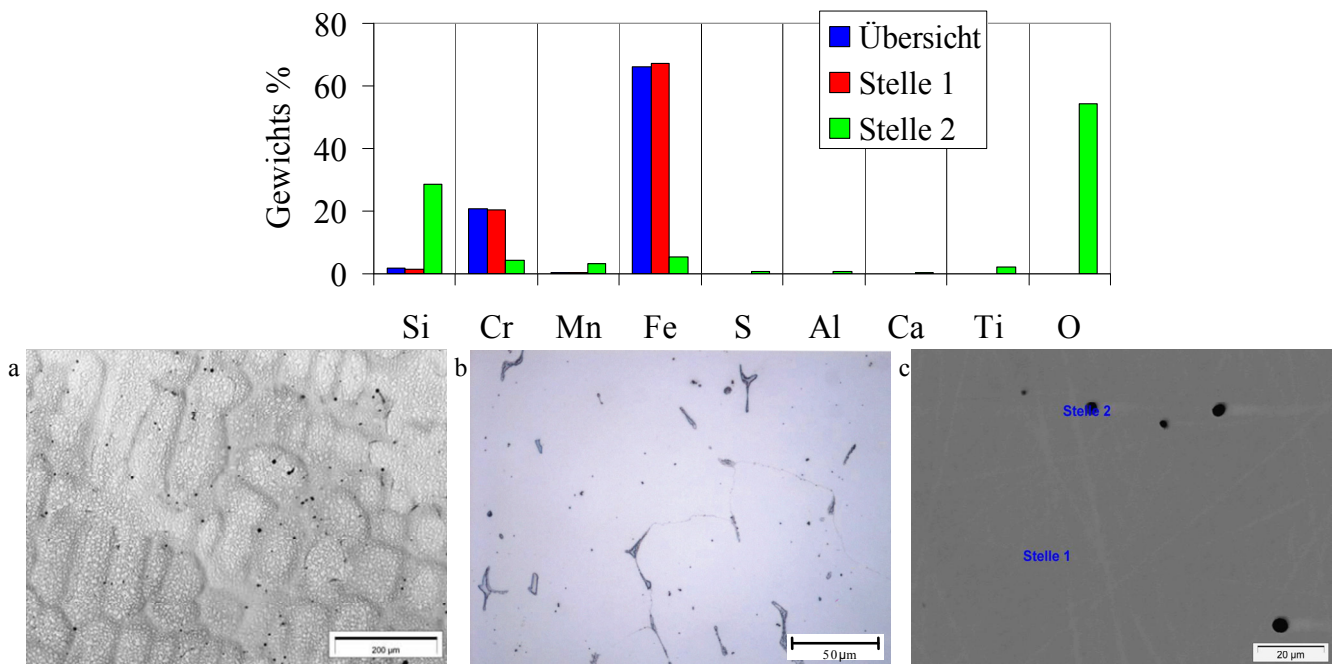


Abbildung 157: Gefüge D3, a) Adler, b) V2A-Beize, c) REM

Die Chromerhöhung bei D4 begünstigt die Bildung von Delta-Ferrit. In Abbildung 158 a) ist durch eine spezielle Ätzung ein Saum von Delta-Ferrit um die Karbide sichtbar.

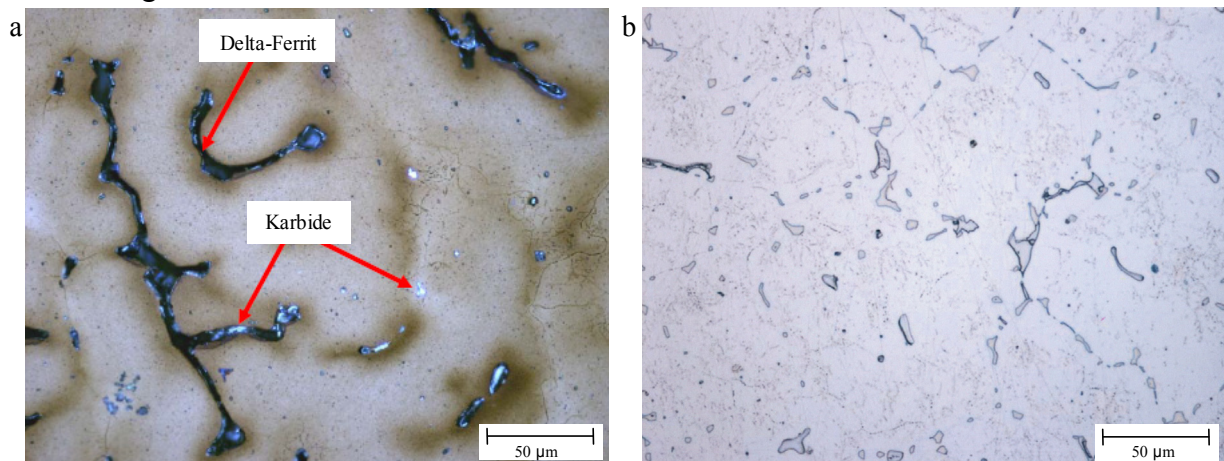


Abbildung 158: a) D4, Beraha II, Delta-Ferrit, Karbide, b) D5, V2A-Beize

Eine geringe Erhöhung des Kohlenstoffgehalts in D5 (Abbildung 158 b) bewirkt eine Erhöhung der Ausscheidungen im Gefüge. Die EDX-Untersuchungen und Simulationen deuten darauf hin, dass insbesondere Niob fast ausschließlich in den Ausscheidungen und nicht im Gefüge vorzufinden ist. Tabelle 48 zeigt den Einfluss von Chrom und Stickstoff auf die Zugversuche bei Raumtemperatur und 1050°C. Eine Steigerung der Zugfestigkeit im gesamten Temperaturbereich ist durch den Anstieg des Chromgehalts bei D4 erkennbar.

Tabelle 48: Zugversuche D3, D4, D5

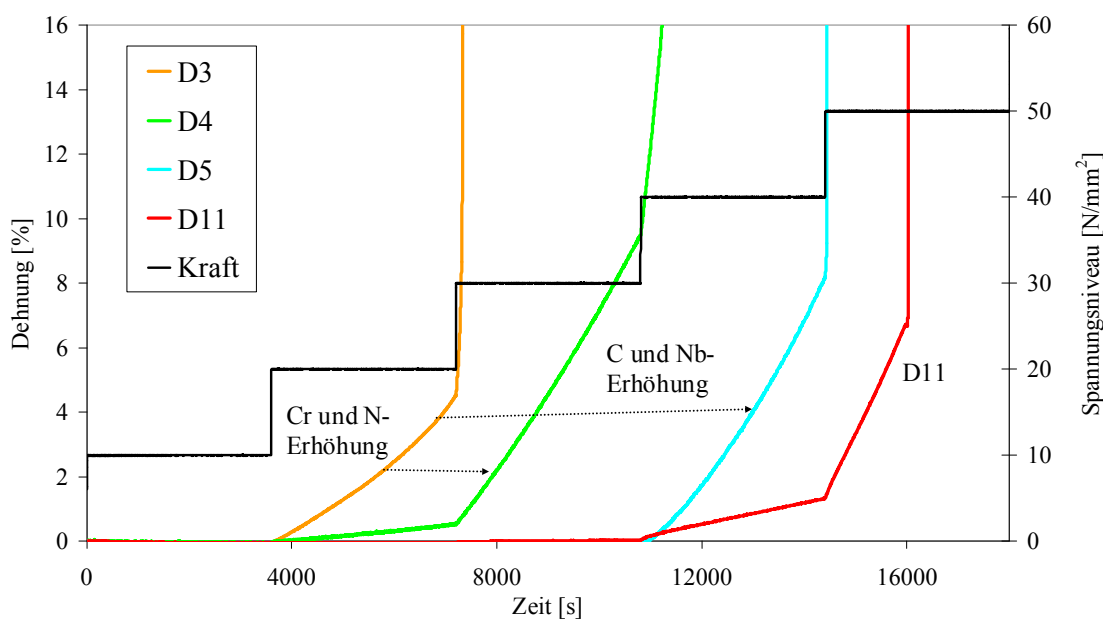
Werkstoff	Temp [°C]	R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	R <sub>p0,2</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	E [kN/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]	A [%]
D3	25	528	251	163	47	55
D4		636	318	172	46	51
D5		524	278	147	19	19
D3	1050	53	50	n/a		
D4		64	62			
D5		60	58			

Bei der Auslagerung der Zugproben ergeben sich keine Auffälligkeiten in Bezug auf eine mögliche Versprödung. Besonders bei D3 und D4 sind äußerst hohe Bruchdehnungen in Ausgangszustand und nach der Auslagerung vorhanden.

**Tabelle 49: Zugversuche nach Auslagerung D3, D4, D5**

Werkstoff	$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$A_g$ [%]	Auslagerung 100 h 700°C		Auslagerung 200 h 1050°C	
			$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$A_g$ [%]	$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$A_g$ [%]
D3	528	47	544	39	516	33
D4	636	46	619	31	599	49
D5	524	19	558	18	483	23

Positive Ergebnisse bei den Kriechversuchen liefert die Erhöhung der Anteile von Cr, N und Nb. Die damit bedingte erhöhte Anzahl an Ausscheidungen bringt einen Anstieg der Kriechbeständigkeit mit sich. Von D3 auf D4 ergibt sich eine Konzentrationssteigerung von 3,5 Gew.-% Cr und 800 ppm N. Beim Vergleich von D3 und D5 bringt eine geringe C-Erhöhung und die Steigerung auf 1,6 Gew.-% Nb einen positiven Effekt.



**Abbildung 159: Kriechversuche 1050°C, D3, D4, D5, D11**

Während bei D3 und D5 eine große Menge an Oxidationsprodukten im Tiegel zu finden ist, zeigt D4 mit dem hohen Chromgehalt eine sehr gute Oxidationsbeständigkeit.



**Abbildung 160: a) D3, b) D4, c) D5**

Die Nioberrhöhung von D3 zu D5 zeigt keine Veränderung. Jedoch ist eine Pockenbildung bei beiden Werkstoffen auf der Oberfläche der Proben zu beobachten.

Anschließend werden D7, D8, D9 und D10 als Varianten von D6 untersucht. Während D6 und D7 kein Wolfram enthalten, wird bei D9 und D10 zusätzlich zu 1 Gew.-% Wolfram (D8) noch 1 Gew.-% Niob zulegiert. Der Einfluss auf die Werkstoffeigenschaften von zusätzlich 0,12 Gew.-% Cer wird bei D10 ersichtlich.

**Tabelle 50: Zusammensetzung D6-D10**

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D6	<b>22,9</b>	25,2	0,42	0,04	1,96	0,65	<b>464</b>	0,08	0,01	0,42 Mo
D7	18,3	24,5	0,3	<b>0,03</b>	2,12	0,07	<b>2183</b>	0,11	0,01	-
D8	18,1	24,1	0,33	<b>1,02</b>	2,2	<b>0,07</b>	2160	0,11	0,01	-
D9	17,8	23,8	0,35	1,02	2,2	<b>0,99</b>	2124	0,11	0,01	-
D10	17,9	23,7	0,36	1,02	2,1	0,99	2156	0,1	0,01	<b>0,12 Ce</b>

Ein Einfluss von Wolfram und Niob auf die Festigkeit ist hier im gesamten Temperaturbereich nicht zu erkennen. Die Erhöhung der Zugfestigkeit von D6 auf D7 ist dem N-Gehalt zuzuschreiben (vgl. dazu auch Literatur Abbildung 9 bzw. Tabelle 7 in Kapitel 3.1.2). Bei D9 liegen vermutlich Gefügefehler in der Probe vor, was die geringe Dehnung im Ausgangszustand erklären könnte. Bei D10 ist Cer zulegiert.

**Tabelle 51: Zugversuche D6, D7, D8, D9, D10**

Werkstoff	Temp [°C]	R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	R <sub>p0,2</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	E [kN/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]	A [%]
D6	25	461	263	177	11	11
D7		529	311	161	23	23
D8		522	327	149	16	17
D9		462	327	145	5	5
D10		466	340	151	4	4
D6	1050	70	64	n/a		
D7		88	84			
D8		87	81			
D9		81	75			
D10		81	75			

Bei den Werkstoffen zeigen sich teilweise deutliche Versprödungen. D9 und D10 besitzen bereits im Ausgangszustand geringe Dehnungen, die bei D10 bei ca. 4% liegt. Die Dehnung bei D10 mit Cer-Zugabe fällt nach der Auslagerung bei 700°C durch Versprödung auf 2% ab und steigt bei 1050°C auf 8% an.

**Tabelle 52: Zugversuche nach Auslagerung D6, D7, D8, D9, D10**

Werkstoff	R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]	Auslagerung 100 h 700°C		Auslagerung 200 h 1050°C	
			R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]	R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]
D6	461	11	458	4	417	2
D7	529	23	617	6	445	2
D8	522	16	666	7	481	3
D9	462	5	548	4	496	4
D10	466	4	508	2	515	8

Besonders Wolfram hat jedoch einen großen Einfluss auf die Kriechbeständigkeit (Abbildung 161), was insbesondere in der vermuteten Erhöhung der Zähigkeit liegt (siehe Tabelle 7 in Kapitel 3.1.2). Die Legierungen mit 1 Gew.-% Wolfram versagen im Vergleich zu den anderen Werkstoffen erst eine Stufe später bei dem Spannungsniveau von 50 N/mm<sup>2</sup>.

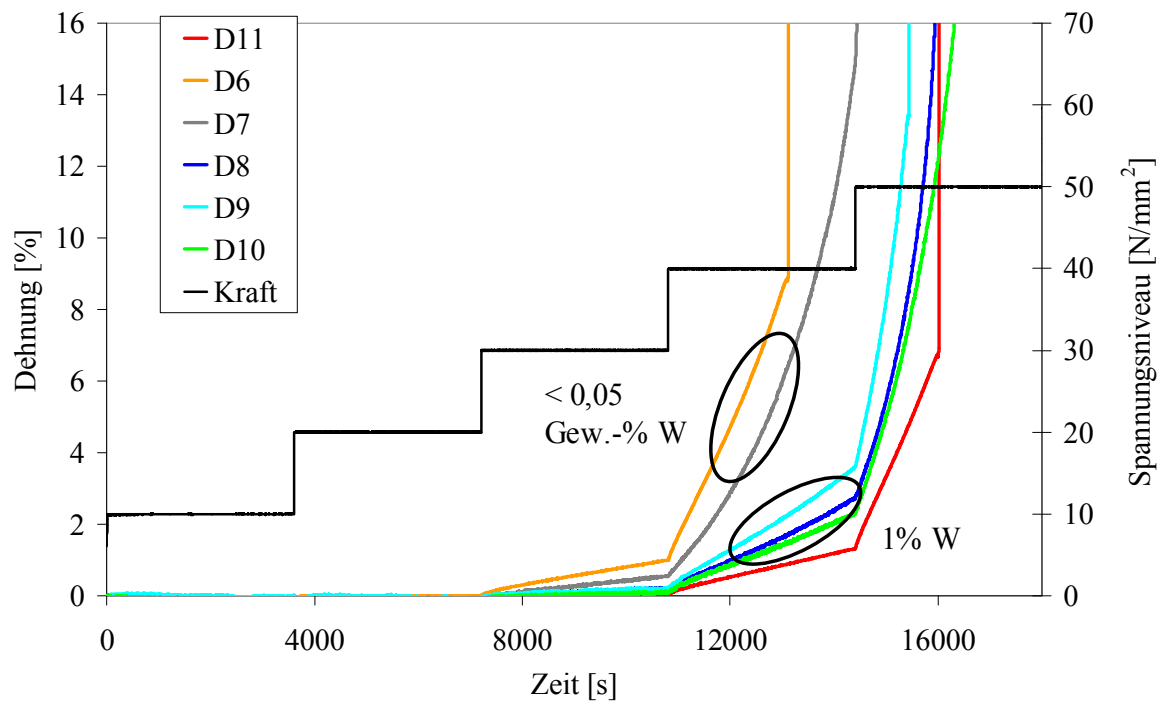


Abbildung 161: Kriechversuche 1050°C, D6 und Varianten

Während bei Wolfram und Niob kein großer Einfluss auf die Oxidationsbeständigkeit sichtbar ist, zeigt D10 mit der Cer-Zugabe vergleichsweise weniger Oxidationsprodukte (Abbildung 162 e).

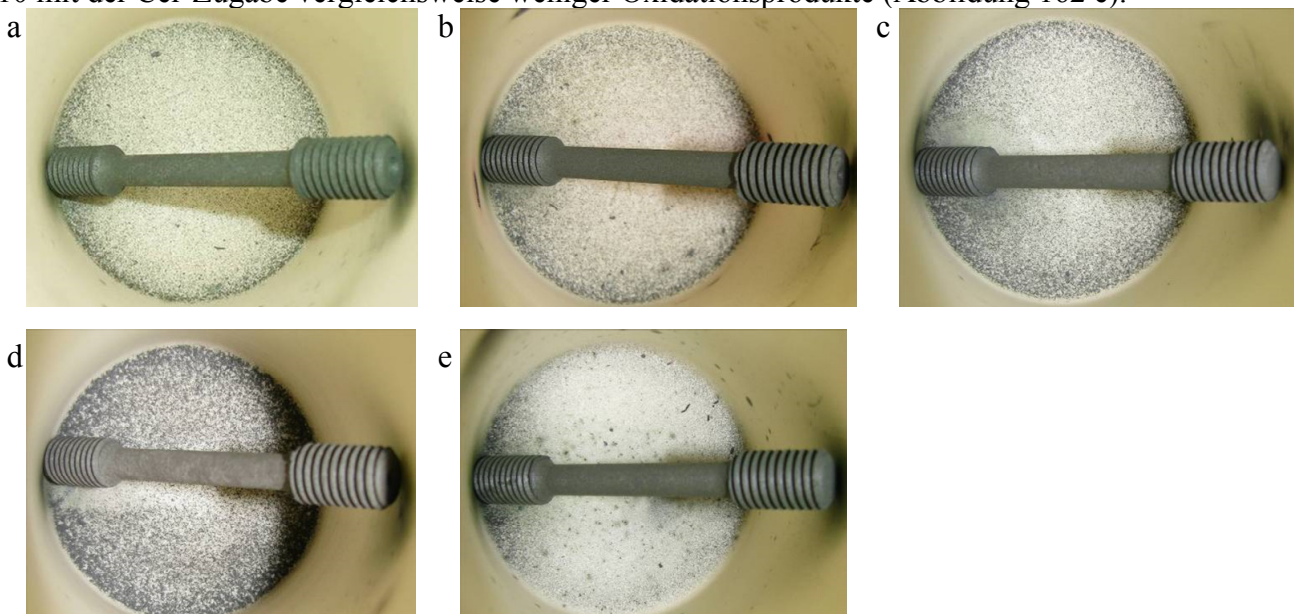


Abbildung 162: a) D6, b) D7, c) D8, d) D9, e) D10

Lediglich bei D9 könnte sich ein geringfügig erhöhter Anteil an Oxidationsprodukten im Tiegel im Vergleich zu a), b) und c) vermuten lassen.

Die Auswirkungen von Silizium im Kriechversuch können anhand D11 und D66 untersucht werden. D11 ist mit 2,25 Gew.-% Si und D66 mit 1,05 Gew.-% Si legiert.



Tabelle 53: Zusammensetzung

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D11	35,3	18,9	0,37	0,11	<b>2,25</b>	1,67	793	0,11	0,01	0,05 Mo
D66	35,7	19	0,35	0,1	<b>1,05</b>	1,7	830	0,12	0,01	-

Die geringere Siliziumkonzentration bei D66 bewirkt eine deutliche Steigerung der Kriechbeständigkeit im Standard-Kriechversuch bei 950°C und einem Spannungsniveau von 45 N/mm<sup>2</sup>.

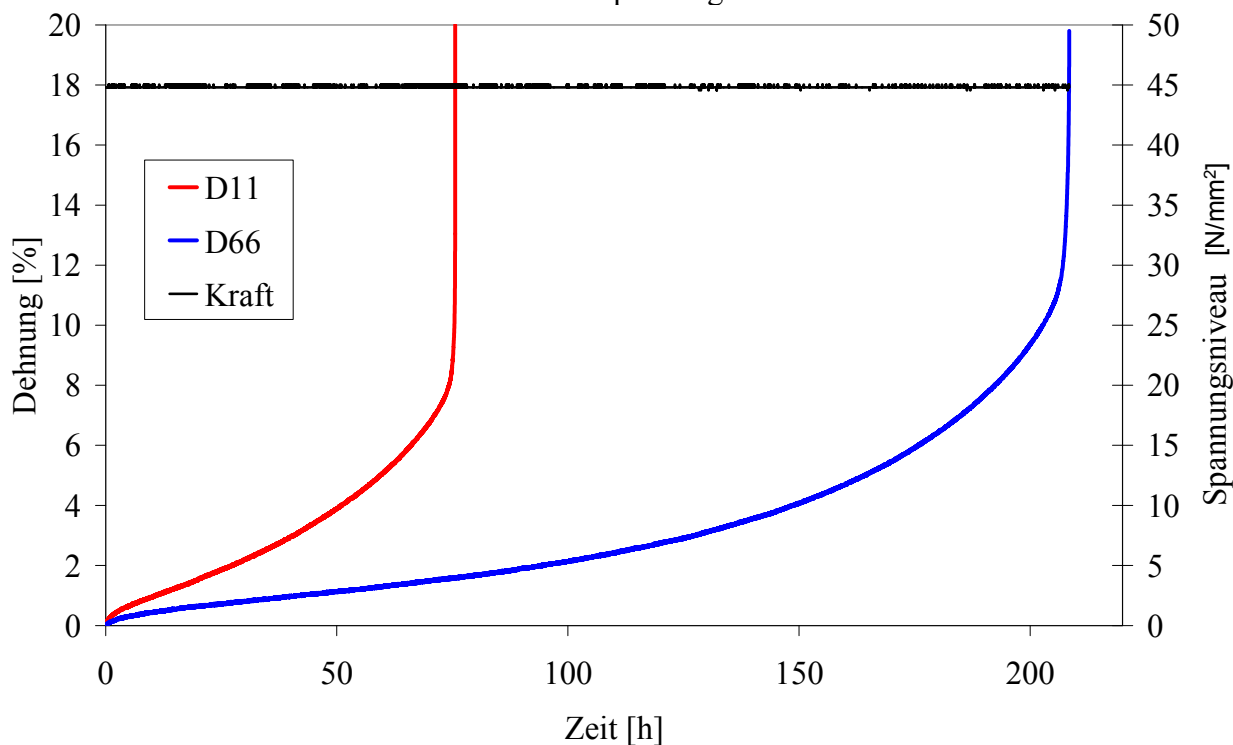


Abbildung 163: D11, D66 Kriechversuch, 950°C

In Zugversuchen bei 1050°C bewirkt eine Erhöhung von 1 auf 2,5 Gew.-% Si eine Verringerung der 0,2%-Dehngrenze um ca. 13 N/mm<sup>2</sup> und eine Verringerung der Zugfestigkeit um ca. 15 N/mm<sup>2</sup>. Im Vergleich mit den Formeln 6 und 7 aus der Literatur in Kapitel 3.1.2 ergibt die Berechnung eine Verringerung der 0,2%-Dehngrenze um 14,9 N/mm<sup>2</sup> und eine Verringerung der Zugfestigkeit um 17,7 N/mm<sup>2</sup>. Dies stellt eine äußerst gute Übereinstimmung dar. Auch Bürgel [06] empfiehlt in Bezug auf die Kriechbeständigkeit einen Siliziumgehalt im Bereich von 0,5-1,5 Gew.-%.

Die Einflüsse von Wolfram und Yttrium werden mithilfe D30 bis D33 geklärt. Besonderes Interesse stellen hier die Kriech- und Oxidationsbeständigkeit dar.

Tabelle 54: Zusammensetzung D30-D33

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D30	11,7	21,4	0,32	0,78	0,29	0,76	68	1,1	0,01	-
D31	12,3	22,1	0,33	<b>0,97</b>	1,13	<b>1,14</b>	140	1,22		<b>0,024 Y</b>
D32	11,5	22	0,31	<b>3,6</b>	1,24	<b>0,68</b>	449	0,99	0,01	-
D33	11,6	21,2	<b>0,23</b>	0,89	1,07	0,66	778	0,88	0,01	-

Während von D30 auf D32 eine Wolframerhöhung von 0,8 auf 3,6 Gew.-% stattfindet, wird D31 mit Yttrium legiert. D33 enthält 0,1 Gew.-% weniger Kohlenstoff als D31. Abbildung 164 zeigt den Gefügebau von D30.

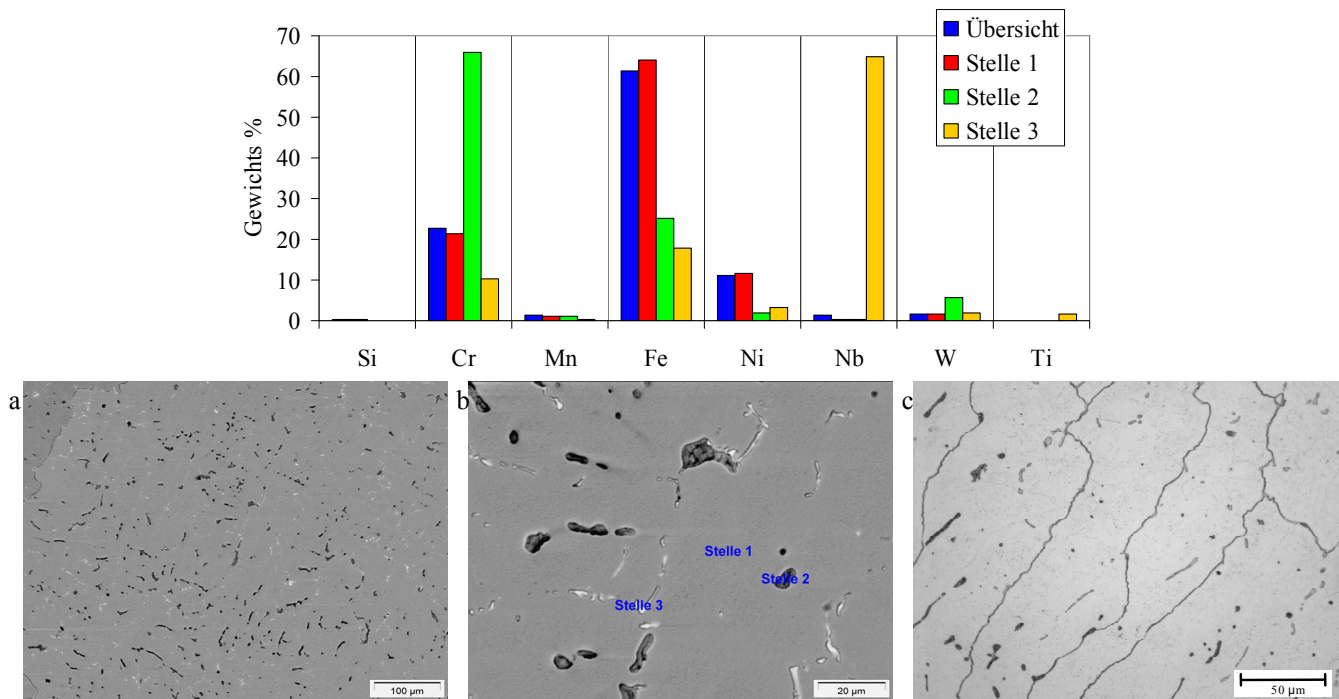


Abbildung 164: Gefüge D30, a) und b) REM, b) V2A-Beize

Beim Vergleich mit D32 (Abbildung 165) scheint die Steigerung der Wolframkonzentration keinen Unterschied im Gefüge zu verursachen. Stelle 5 im Gefüge D32 zeigt außerdem deutliche Verunreinigungen mit Titan.

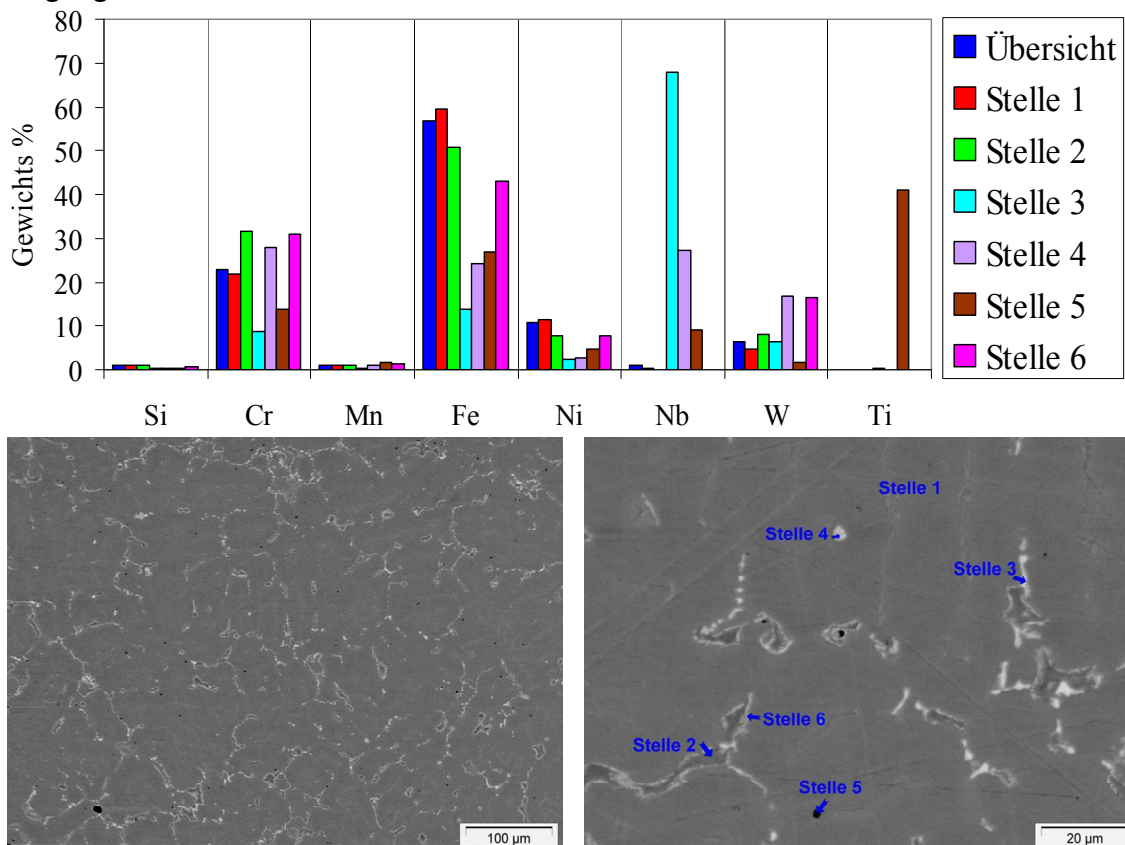


Abbildung 165: REM D32

Während bei Raumtemperatur lediglich D31 eine geringere Festigkeit im Vergleich zu den anderen Werkstoffen aufweist, ist bei D31 mit Yttrium und D33 mit einer Verringerung des C-Gehalts ein Abfall in der Kriechbeständigkeit von einer Stufe bei 1050°C im Vergleich zu D11 zu beobachten. Die Wolframerhöhung bei D32 bringt keine Steigerung der Festigkeit.

Trotz der starken Erhöhung des Wolframanteils bei D32 sinkt die Kriechbeständigkeit im Vergleich zu D30. Dies lässt darauf schließen, dass eine obere prozentuale Grenze dieses Legierungselements eingehalten werden muss.

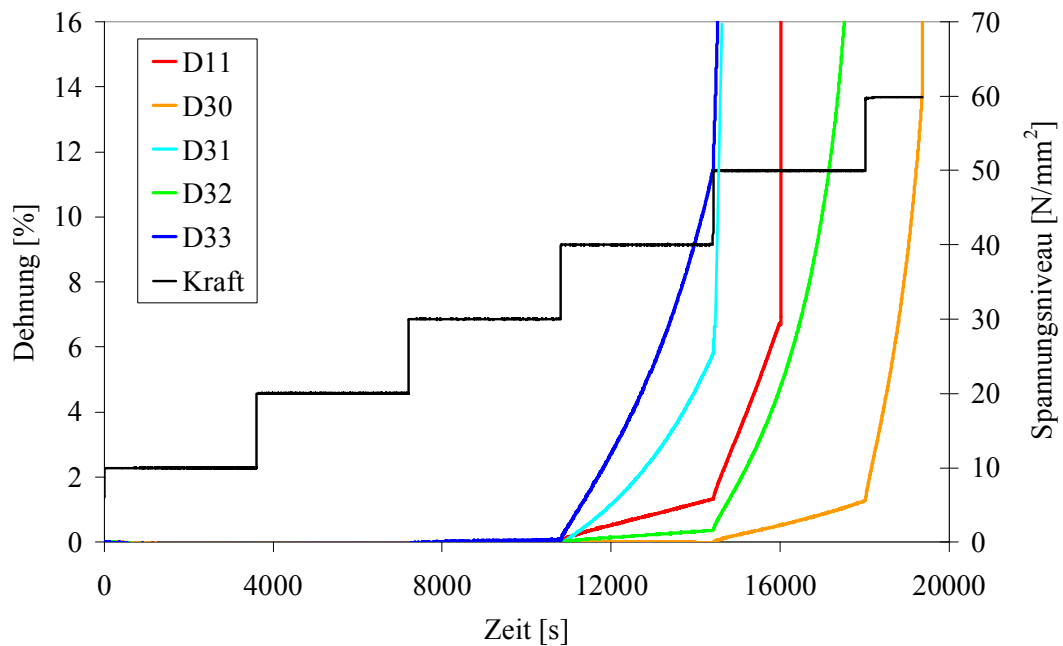


Abbildung 166: Kriechversuche 1050°C, Reihe D30

Die Ergebnisse der Oxidationsversuche werden wiederum an Zugproben in Abbildung 167 aufgezeigt.

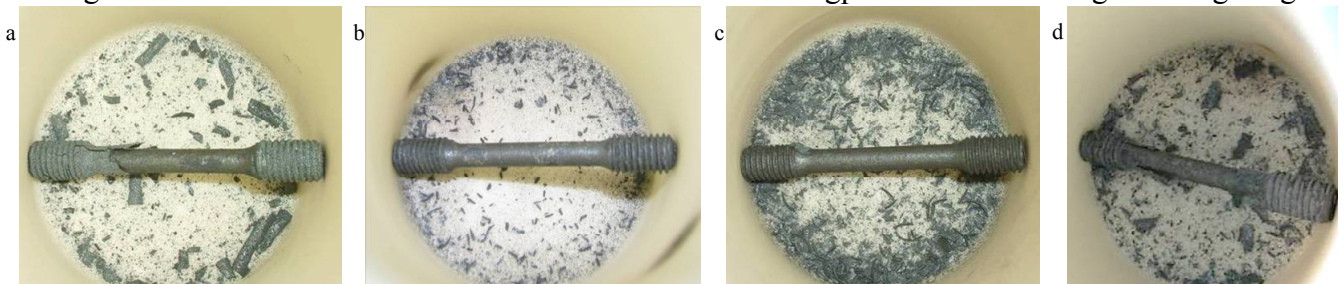


Abbildung 167: a) D30, b) D31, c) D32, d) D33

Alle vier Werkstoffe weisen eine ungenügende Oxidationsbeständigkeit auf. D31 mit Yttrium hat geringfügig weniger Oxidationsprodukte als D30, D31 und D33. Dennoch ist die Beständigkeit nicht ausreichend. Nach Kim *et al.* [00] kann durch die geringfügige Zugabe von Yttrium die Anhaftung der Oxidschicht verbessert werden. Dieser Effekt wird hier jedoch nicht deutlich.

In Bezug zu D42 ist bei D55 Vanadium auf 0,3 Gew.-% angehoben. Dies bedingt einen geringen Abfall der Kriechbeständigkeit und der Zugfestigkeit. Die Oxidationsbeständigkeit steigt, was die Gewichtsänderung nach der Auslagerung bei 1050°C von 1,25% auf 0,5% sinken lässt.

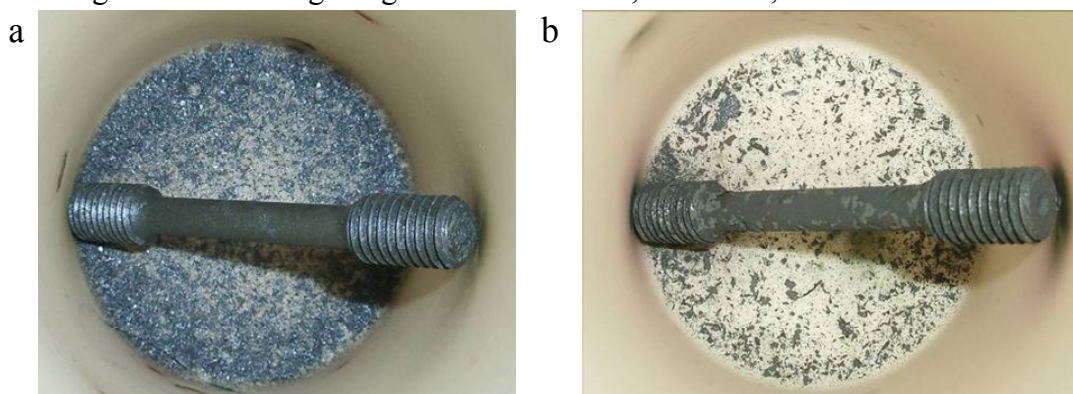


Abbildung 168: a) D42, b) D55



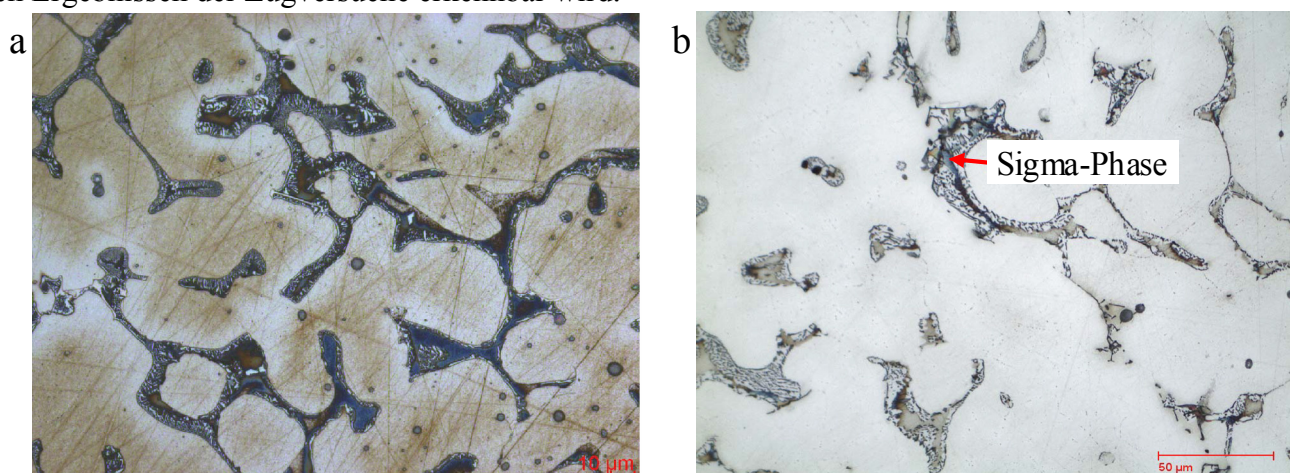
Kapitel 5.4.2.1 zeigt jedoch den negativen Einfluss des Vanadiums bei den Prüfstandsläufen.

Der Werkstoff D69 mit ca. 5 Gew.-% Nickel und ca. 2000 ppm Stickstoff hat im Vergleich zu D47 ca. 10 % Restferrit und Anteile von Sigma-Phase im Gefüge. Dies bestätigt auch das Schöffler-Diagramm (Abbildung 11 in Kapitel 3.1.2) mit dem Cr- und Ni-Äquivalent (Formel 11 und 13 in Kapitel 3.1.2).

**Tabelle 55: Zusammensetzung D69, D47**

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D69	<b>4,98</b>	23,6	0,29	0,99	1,01	0,48	<b>1929</b>	0,18	-	-
D47	<b>11,6</b>	23,2	0,32	0,96	1,12	0,3	<b>3164</b>	0,15	-	-

In Abbildung 169 erscheint die Sigma-Phase bläulich. Diese Phase begünstigt die Versprödung, was in den Ergebnissen der Zugversuche erkennbar wird.



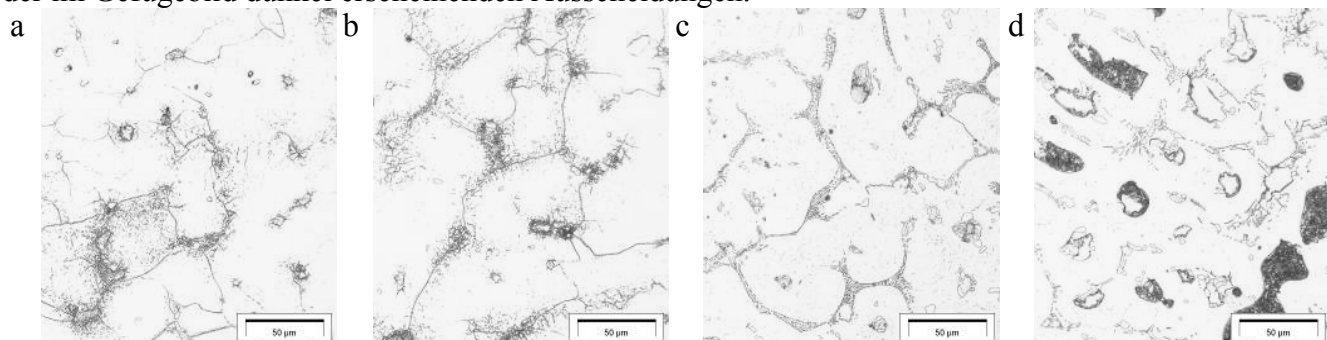
**Abbildung 169: D69 a) Restferrit, b) Sigma-Phase**

D57 bis D60 haben mit 9 bis 9,5 Gew.-% deutlich weniger Nickel als der Referenzwerkstoff D11, jedoch wird der Chromgehalt um ca. 4 Gew.-% im Vergleich angehoben.

**Tabelle 56: Zusammensetzung D57-D60**

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D57	9,44	23,35	0,27	0,29	1,49	0,32	2100	<b>0,19</b>	0,01	-
D58	9,35	23,32	0,29	<b>0,29</b>	1,54	<b>0,32</b>	2100	<b>0,84</b>	0,01	-
D59	9,03	22,94	0,29	<b>1,04</b>	<b>1,59</b>	<b>1,07</b>	2000	0,85	0,01	-
D60	8,93	23,82	0,29	1,19	<b>2,15</b>	1,13	1950	0,78	0,01	-

Die Schiffe sind in Abbildung 170 dargestellt. Sie zeigen bis auf D60 einen vergleichbaren Gefügebau. Bei D60 verursacht vermutlich der erhöhte Silizium-Gehalt eine Erhöhung des Anteils der im Gefügebild dunkel erscheinenden Ausscheidungen.



**Abbildung 170: Schiffe a) D57, b) D58, c) D59, d) D60**



Während D11 nach dem Oxidationsversuch einen Gewichtsunterschied von weniger als 0,15% liefert, zeigt D57 mit 0,19 Gew.-% Mn ein ähnliches Ergebnis. Im Vergleich dazu steigt der Gewichtsverlust durch das Abplatzen der Oxidschichten bei D58 auf 1,75% und bei D59 auf etwa 2,2%. Von a) nach b) wird Mn von 0,2 auf 0,8 Gew.-% erhöht (Abbildung 171). Die Wolframerhöhung von b) nach c) hat keinen Einfluss. Auch die Erhöhung des Siliziumanteils von c) nach d) bringt keine deutliche Veränderung mit sich.

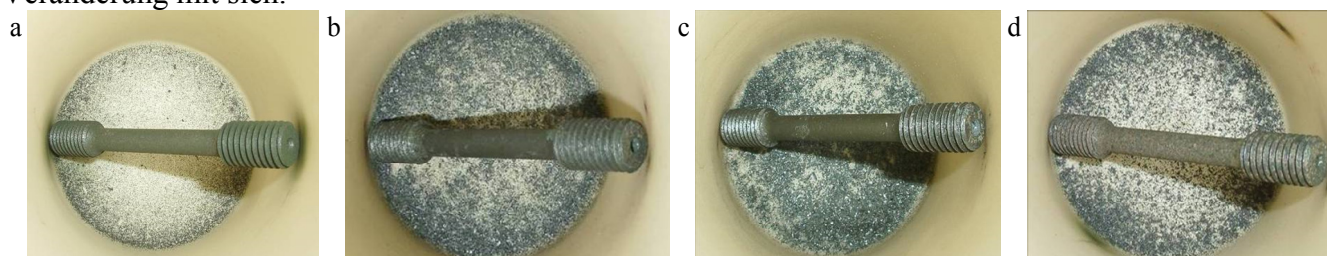


Abbildung 171: Zugproben ausgelagert 200 h 1050°C a) D57, b) D58, c) D59, d) D60

Im Folgenden werden die Gruppen D37 bis D40 und D43 bis D45 inklusive D47 miteinander verglichen, während die erste Gruppe einen Cr-Gehalt von ca. 20, die Zweite ca. 24 Gew.-% aufweist.

Tabelle 57: Zusammensetzung D37-D40, D43-D45, D47

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D37	11,1	20,3	0,31	0,91	0,96	0,9	218	0,94	0,01	<b>0,11Ce</b>
D38	11,4	20,5	0,3	0,95	1,02	0,95	224	1,04	0,08	-
D39	11,5	20,4	0,31	0,96	1,08	0,97	214	1,07	<b>0,21</b>	-
D40	11,4	20,5	0,3	0,96	1,15	0,94	<b>293</b>	1,1	<b>0,31</b>	-
D43	11,4	<b>23</b>	0,28	0,94	1,05	0,93	<b>3029</b>	0,11	-	<b>0,01 Zr</b>
D44	11,6	<b>23,8</b>	0,34	0,96	1,13	0,95	3223	0,11	-	-
D45	11,7	<b>24</b>	0,3	0,97	1,22	<b>0,79</b>	3187	0,13	-	-
D47	11,6	<b>23,2</b>	0,32	0,96	1,12	<b>0,3</b>	3164	0,15	-	-

Das Legierungselement Cer in D37 scheint zu einem besseren Zusammenhalt der Oxidationsschichten zu führen. Diese blättern hier jedoch besonders großflächig ab. D37 zeigt eine vergleichbare Menge an Oxidationsprodukten, jedoch deutlich kleinere Partikel. Bei D43 wird versucht 0,3 Gew.-% Zirkon zuzulegieren. Dies resultiert in einem sehr starken Abbrand und nur 0,01 Gew.-% Zr kann im Gefüge gefunden werden. Durch die Erhöhung des Chromanteils um ca. 3,5 Gew.-% und die gleichzeitige Verringerung des Mangangehalts um ca. 1 Gew.-% kann die Oxidationsbeständigkeit bei D43 bis D47 verbessert werden.

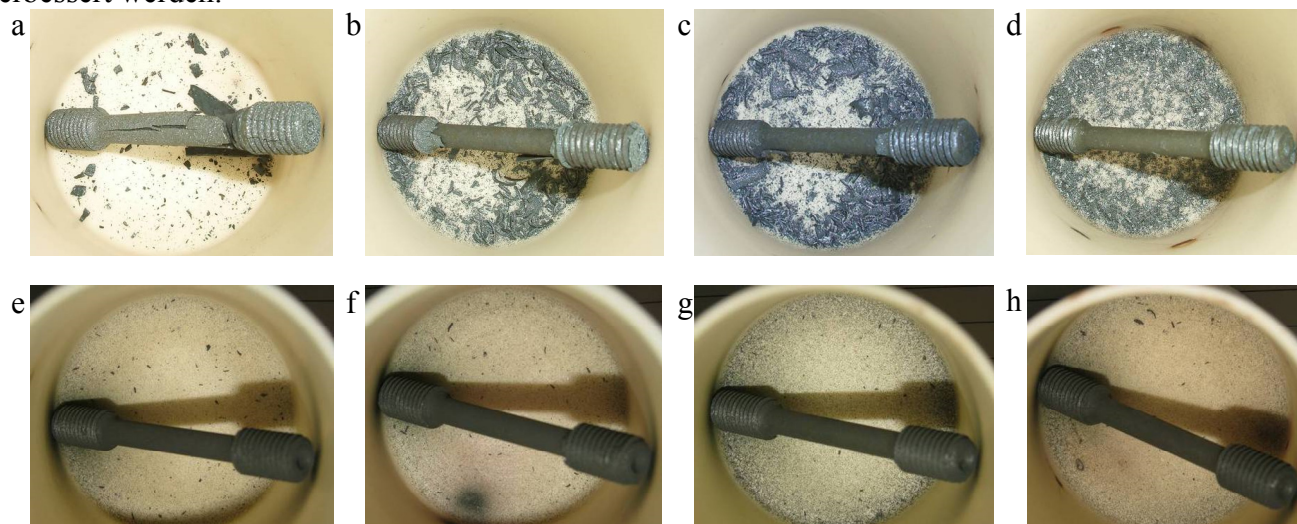


Abbildung 172: a) D37, b) D38, c) D39, d) D40, e) D43, f) D44, g) D45, h) D47

Niob besitzt hier keinen offensichtlichen Einfluss auf das Oxidationsverhalten. Auch der steigende Aluminiumgehalt von D39 und D40 bringt keine Verbesserung. Vermutlich sind hier die Zugaben zu gering, um einen Effekt auf die äußeren Oxidationsschichten zu erzielen. Bei der Herstellung ist außerdem ein starker Abbrand des Aluminiums zu sehen. Eine Verschlackung ist nicht zu verhindern. Anhand der Legierung D37 wird die Möglichkeit der Zugabe einer Cer-Vorlegierung getestet. Während bei D10 diese auf die Schmelzoberfläche gegeben wird und eine unmittelbare Verschlackung und dadurch der sehr hohe Abbrand zu beobachten war, wird nun ein Tauchtiegel verwendet. Dieser Tiegel mit der darin befindlichen Vorlegierung und das Abklingverhalten sind in Abbildung 173 dargestellt.

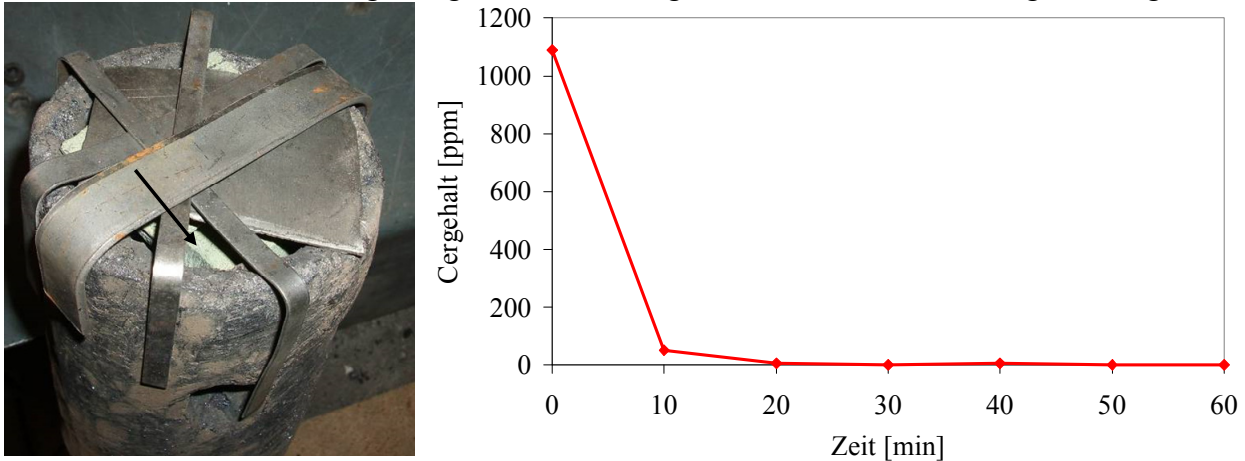


Abbildung 173: D37, Abklingverhalten Cer

Die erste Analyse wird nach dem Umwälzen der Schmelze entnommen. Bereits während der ersten 10 Minuten wird eine Reduzierung des Cer-Gehalts von 1100 ppm auf unter 100 ppm gemessen. Das Legierungselement Zirkon hat bei der Zugabe in die Schmelze den gleichen Abklingeffekt. Anschließend sind die Stufenkriechversuche dieser sechs Legierungen vergleichend dargestellt (Abbildung 174). Das Legierungselement Zirkon bei D43 bewirkt einen starken Abfall der Kriechbeständigkeit. Die Probe versagt eine Stufe früher als die anderen. Auch Cer in D37 lässt die Beständigkeit gegen Kriechen absinken, jedoch in einem geringeren Ausmaß. Bei D40 könnte sich bereits der steigende Aluminiumgehalt negativ auswirken. Die anderen Legierungen sind in Stufe 4 vergleichbar.

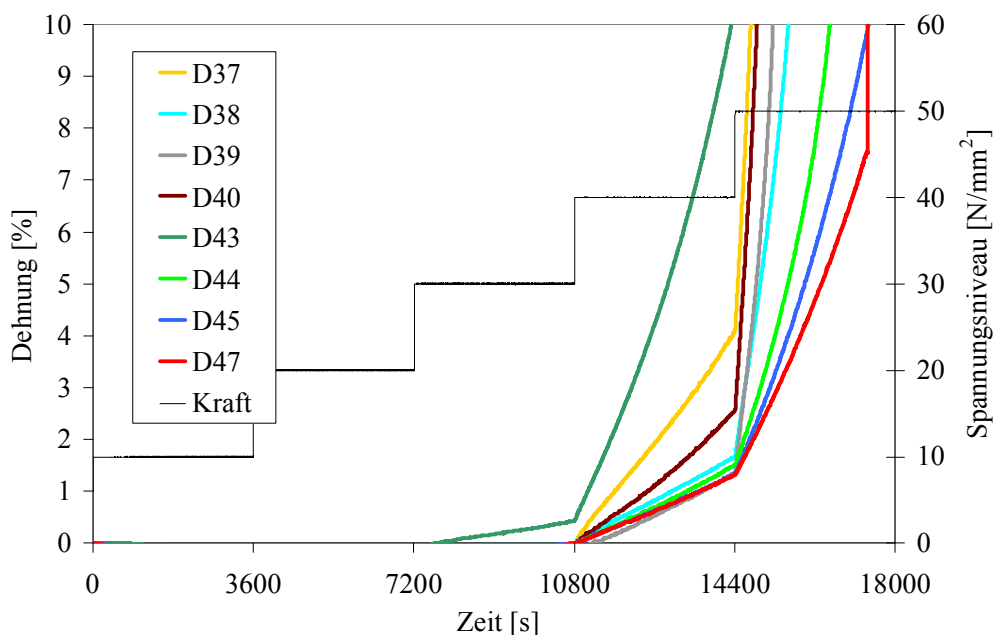


Abbildung 174: Stufenkriechversuche

Bei D44 bis D47 ist insgesamt eine steigende Festigkeit zu beobachten. Bei D43 sinken jedoch sowohl Festigkeit als auch Kriechbeständigkeit durch die Zr-Zugabe stark ab.

Zur Verifizierung der vorausgegangenen Ergebnisse wird eine Chromreduzierung (minus 4 Gew.-%) und eine Stickstoffreduzierung (minus 0,2 Gew.-%) anhand D47 und D50 ergänzend betrachtet.

Tabelle 58: Zusammensetzung D47, D50

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D47	11,6	23,2	0,32	0,96	1,12	0,3	3164	0,15	-	-
D50	11,7	19,3	0,27	0,68	0,99	0,42	927	0,14	-	-

D50 in Abbildung 175 zeigt eine wesentlich geringere Oxidationsbeständigkeit im Vergleich zu D47, was vermutlich hauptsächlich im deutlich geringeren Chromgehalt begründet ist.



Abbildung 175: D47, D50

Der Einfluss von Niob wird mit D44 und D46 weiter untersucht.

Tabelle 59: Zusammensetzung D44, D46

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D44	11,6	23,8	0,34	0,96	1,13	0,95	3223	0,11	-	-
D46	11,7	23,9	0,28	0,91	1,1	0,02	3230	0,1	-	-

D44 mit 1 Gew.-% Nb ist in Abbildung 176 dargestellt. Niob ist ein starker Karbidbildner und ist deshalb deutlich im Gefüge als Ausscheidung (Stelle 1) zu erkennen.

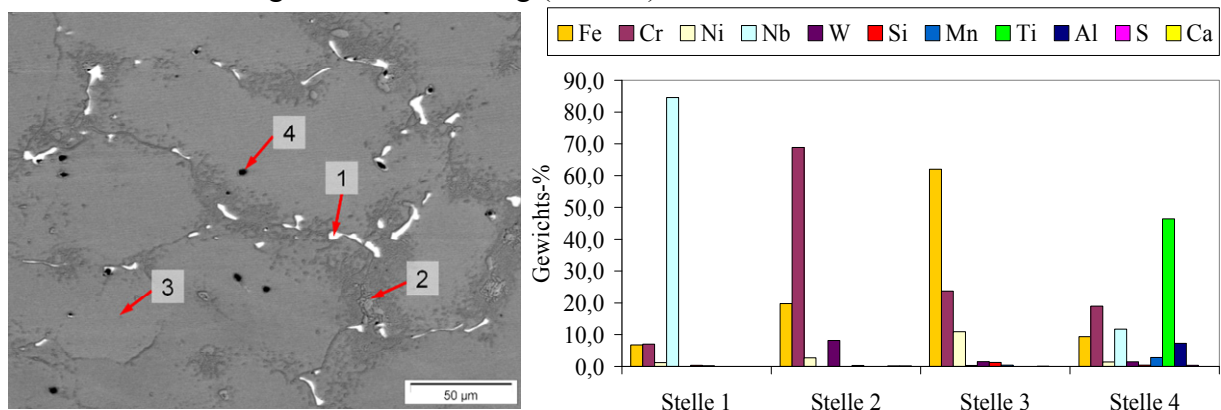
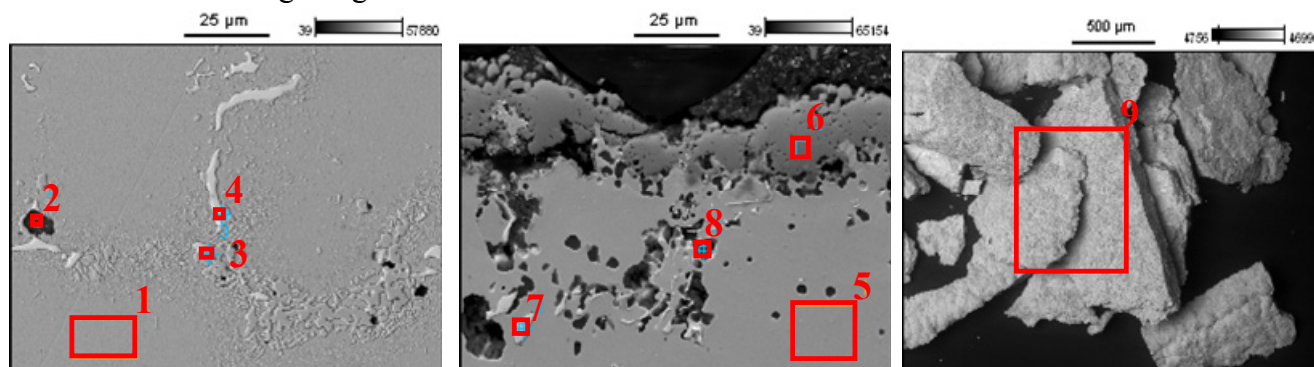


Abbildung 176: EDX-Analyse Legierung D44



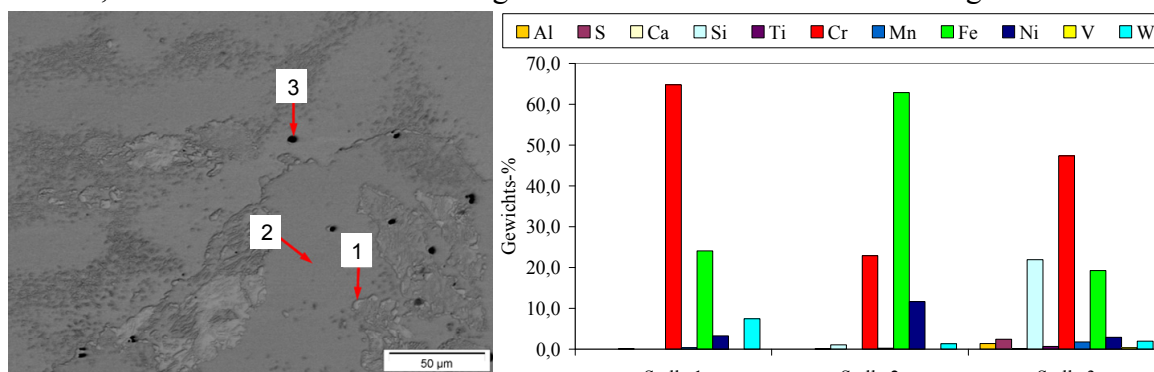
Stelle 1 besteht aus ca. 85 Gew.-% Nb. Nimmt man die Gefügeuntersuchung in Abbildung 177 hinzu, sind ca. 10 Gew.-% Kohlenstoff (Stelle 4) in der Ausscheidung zu finden, was mit der Literaturangabe (Tabelle 40) für NbC übereinstimmt. Der zweite Typ Ausscheidung in diesem Gefüge sind Chromkarbide, hier mit 4,5 Gew.-% C. Dies lässt auf Chromausscheidungen vom Typ  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  schließen. Nicht abgeplatzte Oxidationsschichten sind stark zerklüftet und weisen tief ins Gefüge reichende Poren auf. Die bei der Auslagerung entstehenden Partikel sind in diesem Fall sehr eisenreich.



EDX-Analyse											
Gefüge	Fe	Cr	Ni	C	O	Mn	Si	N	Nb	W	S
1	63,1	22,1	12,1	0,9	0,7	-	1,1	-	-	-	-
2	13,9	11,8	2,4	4,5	20,4	3,3	37,5	-	-	-	1,9
3	23,4	61,6	3,5	0,8	1,3	0,3	1,7	-	-	-	-
4	16,7	31,5	-	10,1	-	0,2	0,9	-	40,4	-	-
Rand											
5	66,6	18,4	12,1	1,5	0,7	-	0,7	-	-	-	-
6	2,8	80,7	-	1,5	13,9	0,8	0,4	-	-	-	-
7	67,7	16,1	12,6	1,7	0,8	-	1,1	-	-	-	-
8	67	16,9	12,5	2	0,8	0,1	0,8	-	-	-	-
Partikel											
9	68,5	14,8	5,5	-	9,5	1,4	0,3	-	-	-	-

Abbildung 177: Gefüge, Oxidschicht, Partikel D44

Bei D46 mit 0,017 Gew.-% Nb sind im Gefüge ausschließlich Chromausscheidungen zu finden.



Gew.-%	Al	S	Ca	Si	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	V	W
Stelle 1	-	-	0,1	-	-	64,8	0,4	24,1	3,3	-	7,5
Stelle 2	-	-	0,1	1,1	-	22,9	0,2	62,9	11,6	-	1,3
Stelle 3	1,4	2,4	0,1	21,9	0,7	47,4	1,7	19,3	2,9	0,4	1,9

Abbildung 178: EDX-Analyse Legierung D46

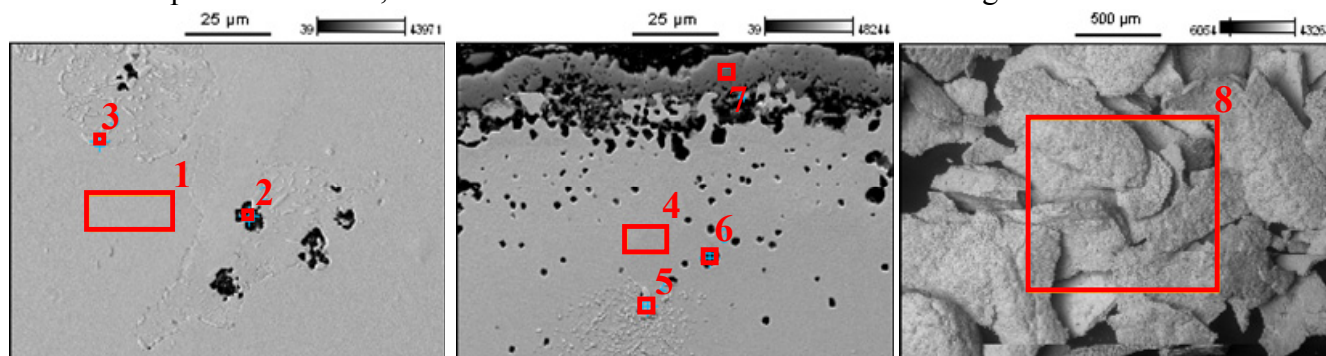
Niob hat in diesem Fall einen eher kleinen Einfluss auf die Festigkeit und die Kriechbeständigkeit, da der Legierungsanteil von 1 Gew.-% Wolfram den Effekt von Niob kompensieren kann. D46 kann bei Raumtemperatur eine um ca. 40 N/mm<sup>2</sup> höhere Festigkeit aufweisen. Bei 1050°C sinkt dieser Vorsprung jedoch auf unter 10 N/mm<sup>2</sup> (Tabelle 60).



Tabelle 60: Zugversuche D44, D46

Werkstoff	Temp [°C]	R <sub>m</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	R <sub>p0,2</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	E [kN/mm <sup>2</sup> ]	A <sub>g</sub> [%]	A [%]
D44	25	596	378	195	25	26
D46		637	366	177	21	21
D44	950	160	149	n/a		
D46		151	144			
D44	1050	92	86	n/a		
D46		93	90			

Die Oxidationsschicht weist eine vergleichsweise geschlossene Oberfläche auf. Abgeplatzte Partikel enthalten hauptsächlich Eisen, aber auch einen erhöhten Chromanteil im Vergleich zu D44.



EDX-Analyse											
Gefüge	Fe	Cr	Ni	C	O	Mn	Si	N	Nb	W	S
1	6,5	21,9	11,8	1	0,7	-	1	-	-	-	-
2	13,1	15,9	2,5	11,3	16,4	4,7	23,8	-	-	-	6,5
3	24,2	63,1	3,3	5,9	1,3	0,2	1,7	-	-	-	-
Rand											
4	65,5	19	12	1,5	0,8	0,2	0,8	-	-	-	-
5	20,6	59,3	2,4	9,6	1,5	0,5	0,7	-	-	-	5,4
6	52,3	19	8,1	16,7	1,8	0,3	1,5	-	-	-	-
7	4,4	76,6	0,4	1,8	15,4	1	0,4	-	-	-	-
Partikel											
8	52	31,5	6	-	8,8	0,6	0,9	-	-	-	-

Abbildung 179: Gefüge, Oxidschicht, Partikel D46

Sowohl bei D44 als auch bei D46 ist an Stelle 2 in Abbildung 177 bzw. Abbildung 179 der hohe Schwefel- und Siliziumgehalt in den Poren zu erkennen.

Die Oxidationsuntersuchungen von D44 und D46 werden wiederum mithilfe von Würfeln durchgeführt, lassen aber keinen deutlichen Unterschied in der Hochtemperaturbeständigkeit an der Oberfläche erkennen. Dabei lässt sich darauf schließen, dass Niob keinen wesentlichen Einfluss auf das Oxidationsverhalten hat. Bei beiden Würfeln sind nach 400 h Abplatzungen zu erkennen. Die Oberflächen verlieren ihren metallischen Glanz.

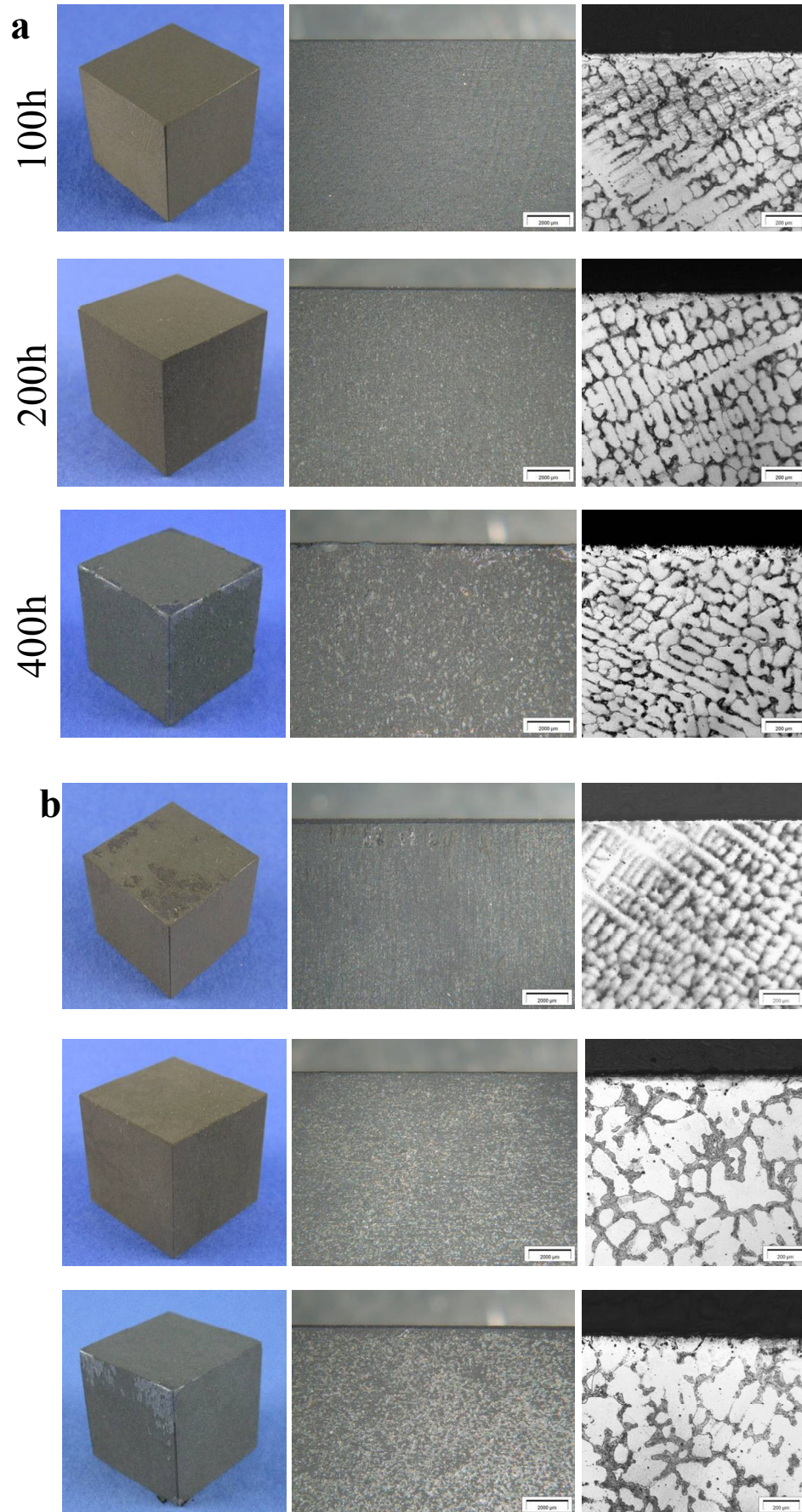


Abbildung 180: Auslagerung 1050°C a) D44, b) D46

Der Einfluss der wichtigsten Elemente auf das Kriechverhalten innerhalb der Varianten D46 bis D52 (ohne D48) im Vergleich zu D11 ist in Abbildung 181 dargestellt. Die Kriechbeständigkeit ist besonders durch die Elemente Kohlenstoff, Chrom und Stickstoff beeinflussbar. Steigende Gehalte dieser Legierungselemente erhöhen die Beständigkeit gegenüber Kriechen. Die Spannungsstufe 40 N/mm<sup>2</sup> ist hier für die Auswertung relevant.

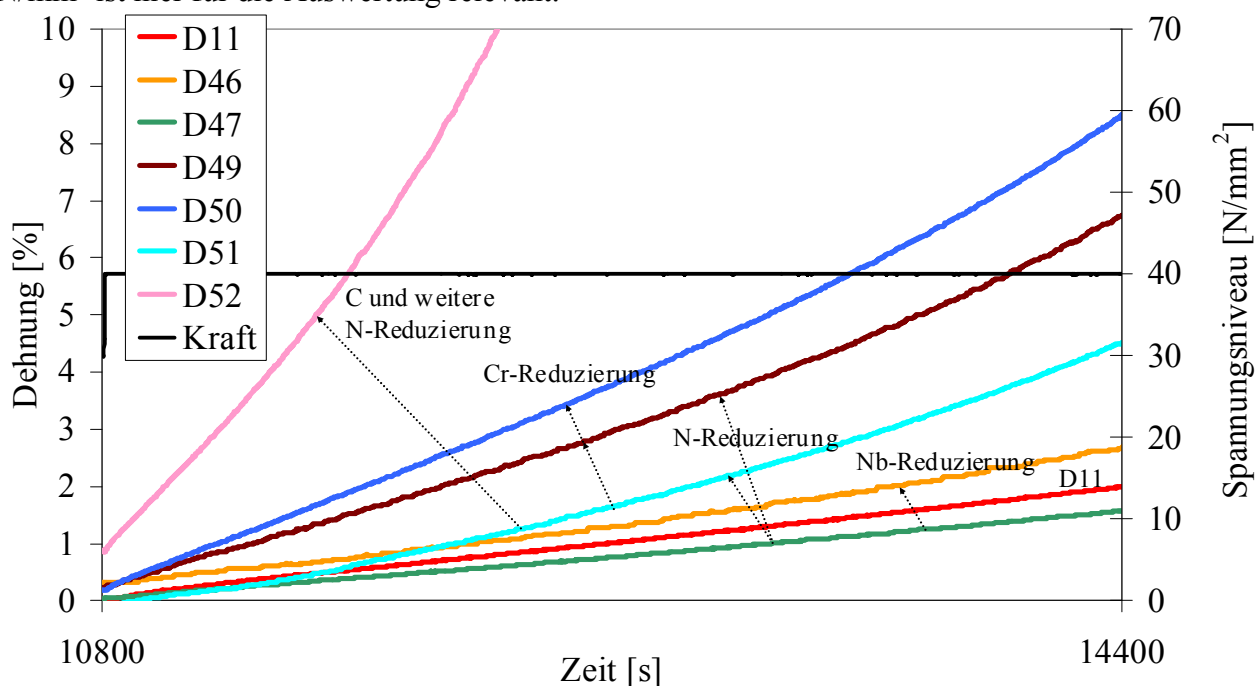


Abbildung 181: D11, D46 - D52 Kriechversuche 1050°C

D46 zeigt nur geringfügig schlechtere Kriecheigenschaften im Vergleich zu D47. Der Einfluss des Niobs ist hier eher gering. Mit der C- und N-Reduzierung in D52 ist auch ein Festigkeitsverlust von 38% im Zugversuch bei 1050°C im Vergleich zu D51 beobachtbar. Allgemein korreliert die Festigkeit mit den Ergebnissen aus dem Kriechversuch.

Anhand des Vergleichs der Legierungen D13 mit D14 und D67 mit D68 wird der Einfluss von ca. 0,2 bzw. 0,5 Gew.-% Mangan auf das Oxidationsverhalten verifiziert.

Tabelle 61: Zusammensetzung D13, D14, D67, D68

Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D13	34,3	19	0,44	0,15	2,29	1,54	837	<b>0,22</b>	-	0,15 Mo
D14	34,2	19	0,44	0,15	2,25	1,55	847	<b>0,52</b>	-	0,15 Mo
D67	11,8	22,8	0,46	0,84	1,29	0,46	2465	<b>0,18</b>	-	-
D68	11,8	22,7	0,46	0,84	1,27	0,45	2449	<b>0,45</b>	0,01	-

Durch Thermogravimetrie kann die Oxidationsrate bestimmt werden. Nach Pilling *et al.* [23] ist die Bildung von MnS maßgeblich für die Verschlechterung der Oxidationseigenschaften verantwortlich. Jedoch ist die Konzentration dieser Partikel sehr schwer im Gefüge zu bestimmen. Da im TEM-Bild in Abbildung 195 bei D47 (Kapitel 5.3.1) ein MnS-Einschluss gefunden werden kann, bedeutet das, dass auch bei Werkstoffen mit einem Mn-Gehalt von weniger als 0,15 Gew.-% diese Partikel vorhanden sind. Abbildung 182 zeigt die Gewichtszunahme der Proben an Luft und künstlichem Abgas. Die Heizrate der Proben beträgt 2 K/min bis zu 1050 °C und die Versuchszeit beläuft sich auf 4 h.



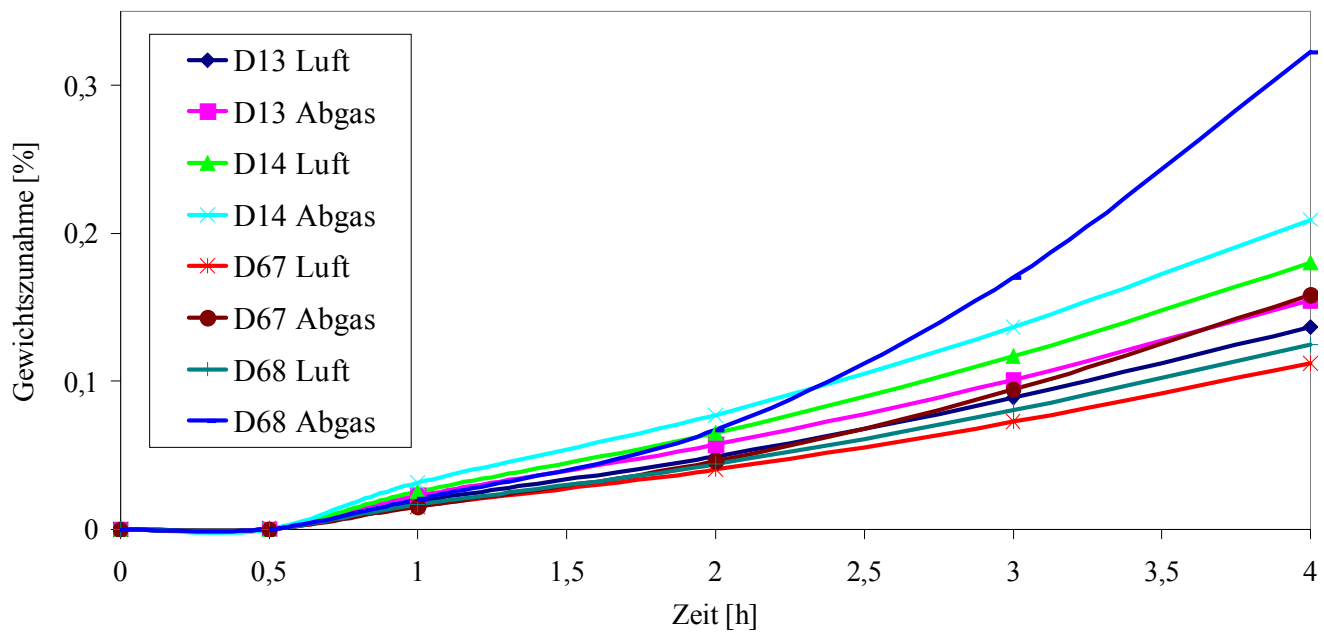


Abbildung 182: Thermogravimetrie

Tendenziell weisen die Proben an Luft eine größere Gewichtsreduzierung als die Proben an Abgas auf. Jedoch zeigt sich nur bei D68 an Luft mit einem erhöhten Mangangehalt eine deutliche Gewichtszunahme von 0,3 %. Die Oxidationsschichten der Proben sind in Abbildung 183 dargestellt.

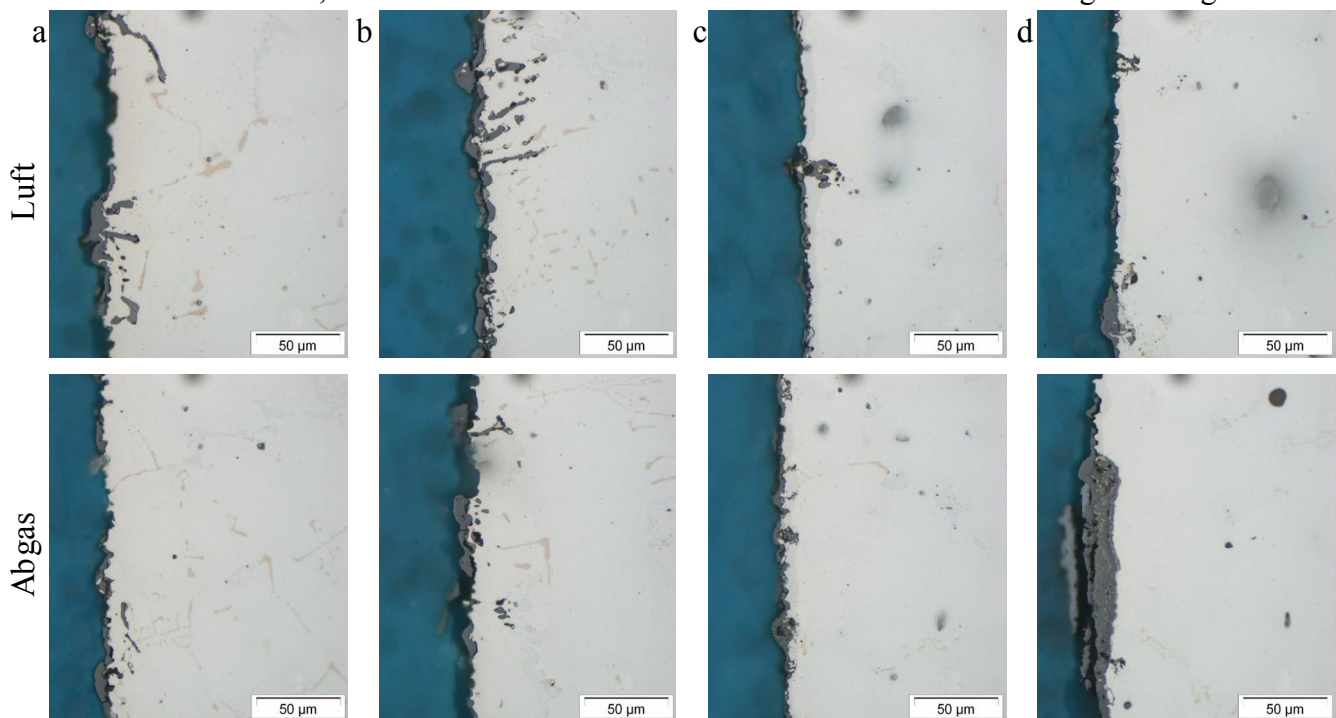
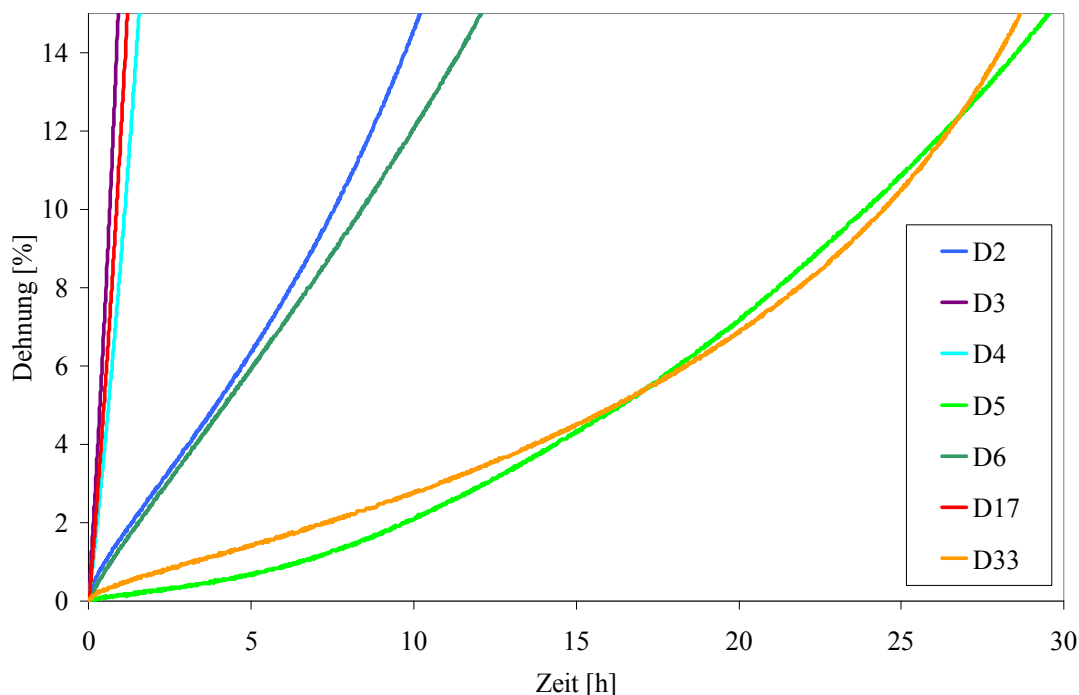
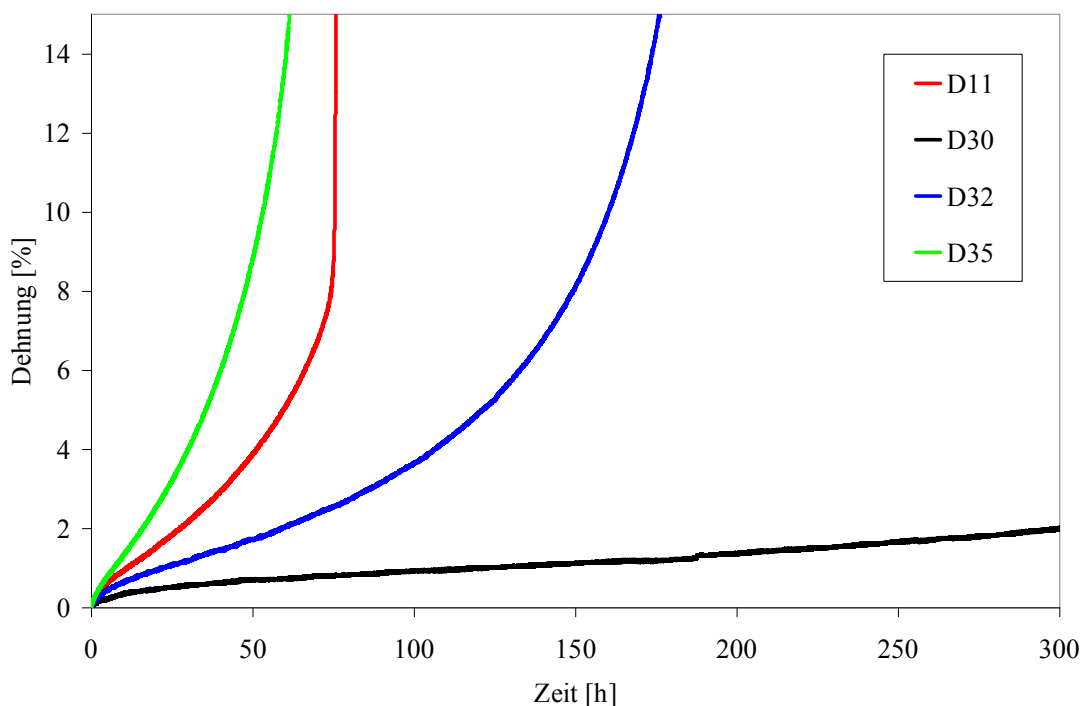


Abbildung 183: Oxidschichten nach Thermogravimetrie a) D13, b) D14, c) D67, d) D68

Insgesamt korreliert hier eine geringere Dicke der Oxidationsschichten mit sinkendem Mangangehalt. Der Einfluss des erhöhten Mangangehalts zeigt somit tendenziell eine Verschlechterung der Oxidationsbeständigkeit.

Begleitend werden Standard-Kriechversuche mit einem Teil der bereits erwähnten Legierungen durchgeführt. In Abbildung 184 (bis max. 30 h) und Abbildung 185 (>300 h) werden Kriechversuche bei 45 N/mm<sup>2</sup> Spannung und 950°C zur Absicherung der Stufen-Kriechversuche dargestellt.



Abbildung 184: Kriechversuche lang 950°C, 45 N/mm<sup>2</sup> (1)Abbildung 185: Kriechversuche lang 950°C, 45 N/mm<sup>2</sup> (2)

Anhand der Standard-Kriechversuche sind zu den Stufen-Kriechversuchen vergleichbare Abstufungen bzw. Ergebnisse der verschiedenen Legierungen beobachtbar. Beim direkten Vergleich der Steigungen bei 45 N/mm<sup>2</sup> treten jedoch teilweise große Unterschiede auf (Abbildung 186). Aus diesem Ergebnis lässt sich schließen, dass die Stufen-Kriechversuche zwar als geeignetes Mittel zum Vergleich der Kriecheigenschaften verschiedener Legierungen dienen können, jedoch aber die jeweiligen Kriechsteigungen teilweise stark von Standard-Kriechversuchen abweichen. Somit lassen sich mit den Stufen-Kriechversuchen keine wie in der Literatur gebräuchlichen Daten wie z.B.  $\sigma_r$  gewinnen bzw. mit der Literatur vergleichen, sondern sind hauptsächlich für den Vergleich der hier untersuchten Legierungen zu verwenden. Dies führt auch im Norton-Ansatz zu abweichenden Ergebnissen bei beiden Versuchsdurchführungen.

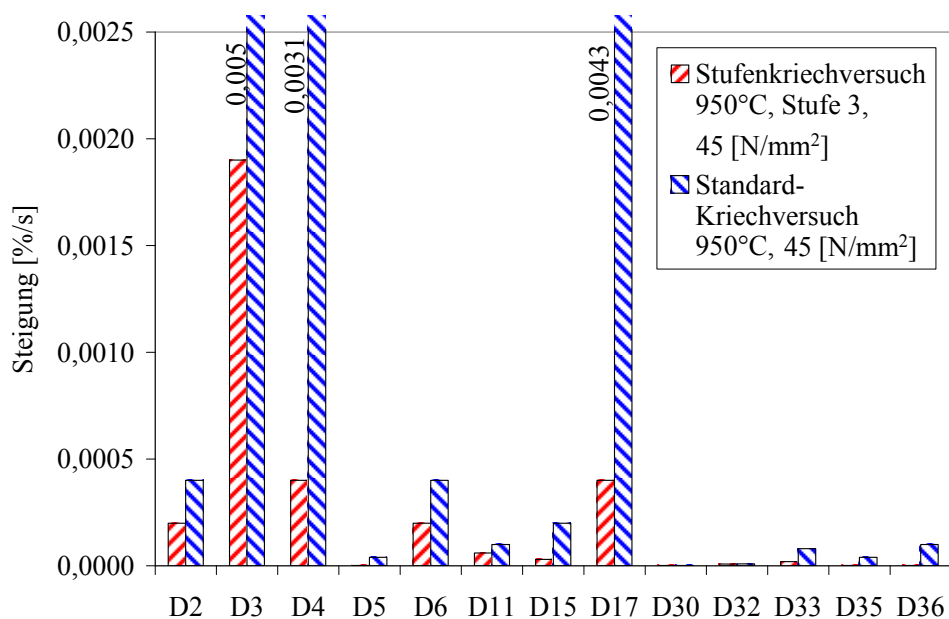


Abbildung 186: D11 Vergleich Kriechsteigungen

Im Allgemeinen ist bezüglich der Wirkungsweise der Legierungselemente eine Übereinstimmung mit den Angaben in der Literatur (Kapitel 3.1.2) gegeben. Durch die hier aufgeführten Ergebnisse können jedoch die Eigenschaften eindeutig sowohl auf den Temperaturbereich als auch auf den Typ des Matrixgefüges bezogen und mit Daten belegt werden. Zusätzlich können durch diese Untersuchungen die gegenseitigen Beziehungen der einzelnen Legierungselemente aufgezeigt werden. Auch die Grenzen der Legierbarkeit bzw. die genauen Einschränkungen des prozentualen Anteils im gegebenen Matrixgefüge werden bestimmt.

Abschließend hat sich D47 auf Probenniveau als eine zu D11 vergleichbare Legierung herausgestellt. Die Eigenschaften (Stärken und Schwächen) und Gehalte von D47 sind in Tabelle 62 zusammengefasst.

Tabelle 62: Zusammenfassung Gefüge und Legierungselemente

Element	Stärken	Schwächen	Anteil [Gew.-%]
Kohlenstoff	Karbidbildung		ca. 0,3
Chrom	Oxidationsbeständigkeit		>=23
Nickel	Austenitstabilität	Kosten	>= 11,5
	Hochtemperaturfestigkeit		
	Oxidationsbeständigkeit		
Stickstoff	Austenitstabilität		>= 0,25
	Festigkeit		
Silizium	Oxidationsbeständigkeit	Kriechbeständigkeit	< 1,2
Niob	Karbidbildung	Kosten	0,3 - 1
Wolfram	Karbidbildung	Kosten	ca. 1
	Einbindung ins Austenitgitter		
Mangan		Oxidationsbeständigkeit	< 0,15
		Anfälligkeit bei geringsten Mengen	
		Versprödung	
Aluminium	Oxidationsbeständigkeit	Schlackebildung	-
		Abbrand	
		Versprödung	
Cer	Anhaften der Oxidschicht	Nicht legierbar	-
		Abbrand	
Yttrium	Oxidationsbeständigkeit	Kriechbeständigkeit	-
Zirkon		Schlackebildung	-
		Abbrand	
Vanadium	Oxidationsbeständigkeit	Kriechbeständigkeit	-
		Hochtemperaturfestigkeit	

Der Restanteil der Legierung ist Eisen als Matrixbildner mit ca. 62 Gew.-%. Analog zu GX40NiCrSiNb38-19 (D11) lässt sich D47 als GX30NiCrSiWNbN12-23 bezeichnen. Ein genauer Vergleich dieser beiden Werkstoffe ist im folgenden Kapitel dargestellt.

### 5.3 Bauplan nickelreduzierter Austenit

Die Mikrostruktur sowohl von D11 als auch des hier entwickelten hochtemperaturresistenten austenitischen Stahls D47 besteht aus einer Matrixphase hoher Festigkeit mit einer feinen Verteilung von stabilen Ausscheidungen, die beständig gegen Vergrößerung sind. Durch nicht komplett zusammenhängende Karbide, die in den zuletzt erstarrenden interdendritischen Bereichen entstehen und sich dort anlagern, können Spannungen durch Korngrenzengleiten abgebaut werden. Zusammenhängende Ausscheidungen als Korngrenzenbelegungen wirken spröde und bilden bevorzugte Pfade für Risswachstum, was zu einem Abfall der Kriechbeständigkeit führen würde. Vor allem feine und gleichmäßig verteilte Karbide vom Typ  $M_{23}C_6$  wirken vorteilhaft auf die Langzeit-Kriecheigenschaften, was auch Shingledecker *et al.* [07] in ihrem Artikel beschreiben. Zu beachten ist jedoch, dass bei hohen Temperaturen eine teilweise Agglomeration oder eine Auflösung von Karbiden im Randbereich stattfinden kann und dadurch die Werkstoffeigenschaften verschlechtert werden. Dies wird durch die Auslagerungsversuche untersucht.

Wie bereits in Kapitel 3.1 beschrieben, werden im Allgemeinen Eisen-Basis Werkstoffe in ferritische, Duplex- und austenitische Stähle eingeteilt. Um sowohl die geforderte Temperaturstabilität und die mechanischen Eigenschaften als auch die Oxidations- und Thermozyklusbeständigkeit zu erreichen, ist es notwendig, einen vollaustenitischen, karbidverstärkten und thermisch stabilen Werkstoff zu verwenden. Um die Eignung eines neuen Werkstoffes für den Einsatz im ATL-Gehäuse zu validieren, wird der aus Kapitel 5.2 ermittelte Werkstoff D47 mit dem bereits im Einsatz erprobten D11 anhand Zusammensetzung, Mikrostruktur und dessen Verhalten bei Temperaturbeanspruchung ausführlich vergleichend untersucht. Bereits behandelte Themen werden aufgegriffen und weiter ergänzt.

Die Phasensimulationen von D11 und D47 sind in Abbildung 187, respektive Abbildung 188 dargestellt. Hier ist ersichtlich welche Phasen zu welchem Zeitpunkt entstehen. Bei D11 (Abbildung 187 b) ergibt sich der Liquidus bei ca. 1360°C, was gut mit Formel 14 (Kapitel 3.1.3) übereinstimmt und entsprechend der Solidus bei ca. 1270°C. Diese Temperatur ist jedoch ca. 270°C höher als mit Formel 15 (Kapitel 3.1.3) aus der Literatur berechnet wird. Hier wird ersichtlich, dass sich Liquidus und Solidus in a) doch deutlich von b) unterscheiden. Bei a) wird das Scheil-Modell verwendet.

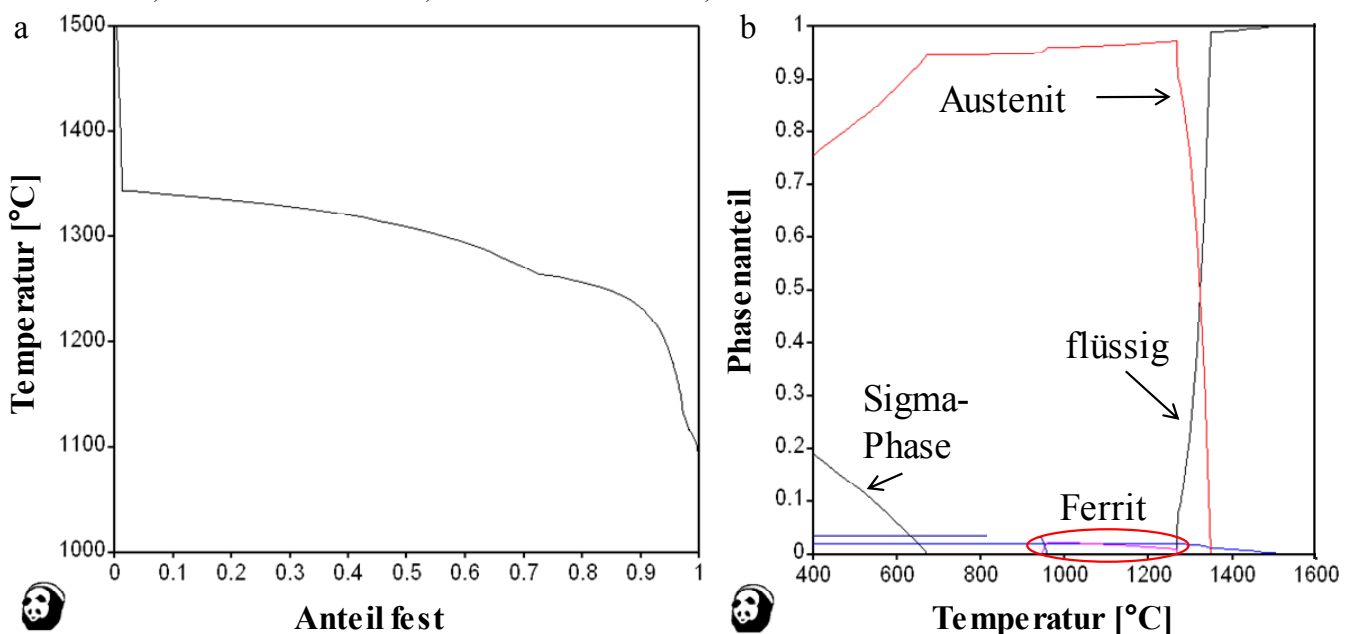


Abbildung 187: D11, a) Simulation Erstarrung, b) Phasen im Gleichgewicht; erstellt mit Pandat®

Das Diagramm in Abbildung 188 a) zeigt die Grenze zwischen Austenit und dem Zweiphasengebiet Ferrit/Austenit bei D47. Die Bestandteile sind die bei der jeweiligen Temperatur stabilen Phasen mit der geringsten freien Energie. Kohlenstoff, Stickstoff und Nickel führen zu einem austenitischen Gefüge. Chrom wirkt diesem entgegen und stabilisiert Ferrit. Ab ca. 10% Ni wird die Temperatur zur Entstehung von Ferrit und Sigma-Phase im Gefüge bereits unter ca. 730°C gesenkt. Mit weniger als 10% Ni erhöht sich die Gefahr einer Phasenumwandlung, die mit der Entstehung von starken inneren Spannungen im Gefüge verbunden ist. Mehrfache Umwandlungen von Phasen mit unterschiedlichen Gitterstrukturen und Volumina führen zu einer deutlichen Werkstoffschädigung. Je niedriger die Umwandlungstemperatur, desto niedriger die Wahrscheinlichkeit, dass Phasenumwandlungen tatsächlich stattfinden, da die benötigten Aktivierungsenergien bei niedrigen Temperaturen nicht vorhanden sind. Nach der Simulation in b) liegt bei D47 die Liquidus-Temperatur bei ca. 1380°C und die Solidus-Temperatur bei ca. 1270°C. Die Formeln 14 und 15 (Kapitel 3.1.3) für  $T_L$  und insbesondere  $T_S$  ergeben viel zu tiefe Werte und sind deshalb für diese hochlegierten Stähle nicht geeignet. Der schraffierte Bereich in a) kennzeichnet den hier interessanten Bereich von 10 bis 12,5% Gew.-% Nickel.

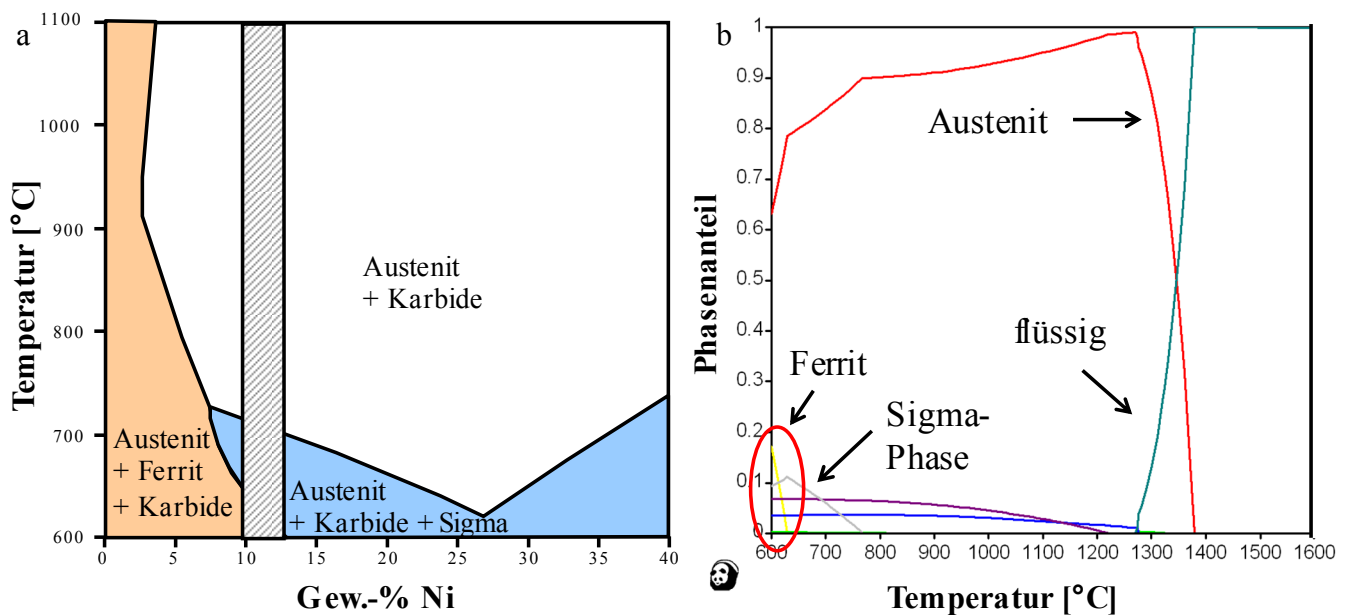


Abbildung 188: Simulation D47 a) Flächendiagramm b) Liniendiagramm; erstellt mit Pandat®

Damit lässt sich darauf schließen, dass sich D11 und D47 aufgrund ähnlicher Liquidus- und Soliduslinien vergleichbar bezüglich Gießverhalten und Gießtemperatur verhalten.

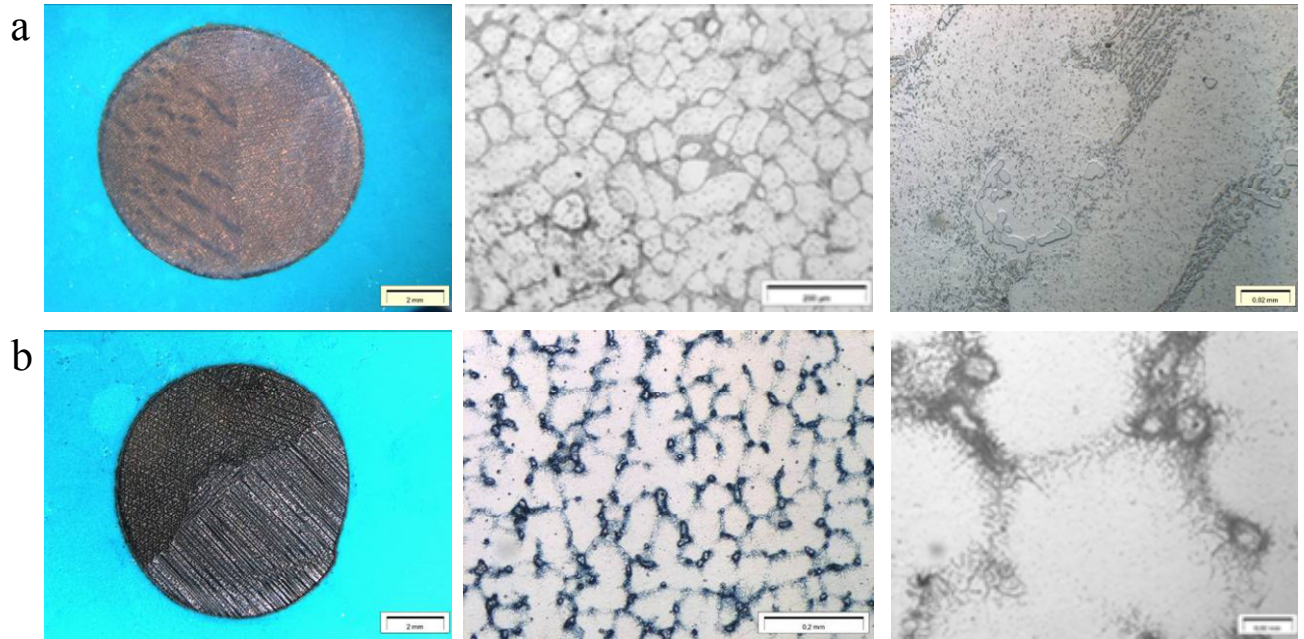
Bei der Bestimmung der  $M_S$ -Temperatur mit Formel 5 (Kapitel 3.1) ergibt sich bei D11 ca. -450°C und im Vergleich dazu bei D47 ca. -100°C. Diese Temperaturen sind zu tief für eine Martensitbildung im Gefüge. Die Entstehung dieses Gefügebestandteils wird im Gegensatz zu den beiden Ferriten aus Kapitel 5.1, wo  $M_S$  bei ca. 100 bis 300°C liegt, unterbunden.

### 5.3.1 Zusammensetzung und Mikrostruktur

Dieses Kapitel befasst sich mit dem Vergleich des Serienwerkstoffes D11 mit dem neuen Werkstoff D47 bezüglich deren Mikrostruktur und Zusammensetzung.

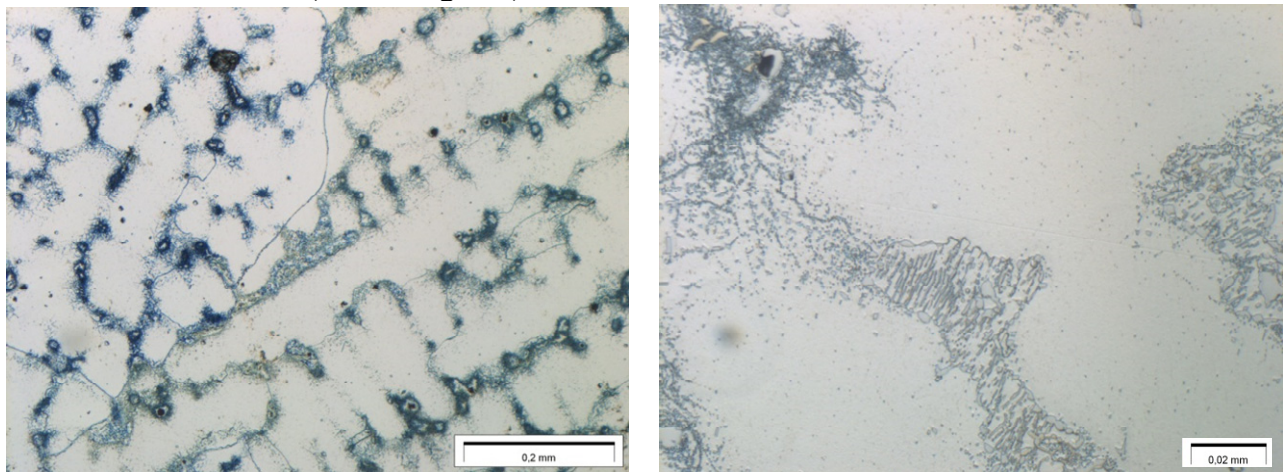
Das Gefüge des hitzebeständigen Stahls D11, welches sich mit seinem dichten Netzwerk von Chrom- und Niobkarbiden auf den Korngrenzen auszeichnet, ist im Vergleich zu D47 abgebildet (Abbildung 189). Beide Werkstoffe weisen ein primäraustenitisches Gussgefüge mit einer dendritischen Struktur auf. Während bei D11 die Karbidausscheidungen eher lamellenförmig ausgeprägt sind, sind bei D47 mehr kugelförmige Karbide, ebenfalls als eutektisches Netzwerk, zu beobachten.





**Abbildung 189: Lichtmikroskop a) D11, b) D47**

Ein Schliff von D47 senkrecht zu dem in Abbildung 189 zeigt eine andere Schliffebene mit den einzelnen Dendritenästen (Abbildung 190).



**Abbildung 190: Lichtmikroskop D47 Adler Ätzung**

Bei ausreichender Vergrößerung sind auch bei D47 wiederum teilweise lamellenförmige Ausscheidungen im interdendritischen Gefüge zu erkennen.

Mittels REM und EDX wird in einem ersten Schritt die Art der Karbide festgestellt. Außerdem können Elementschwankungen innerhalb der Dendriten bzw. deren Homogenität bewertet werden. Durch den Z-Kontrast werden im Vergleich zur Matrix helle und dunkle Partikel (je nach Atomgewicht) dem jeweiligen Element zugeordnet. Der Werkstoff D11 ist ausführlich in Abbildung 191 dargestellt.

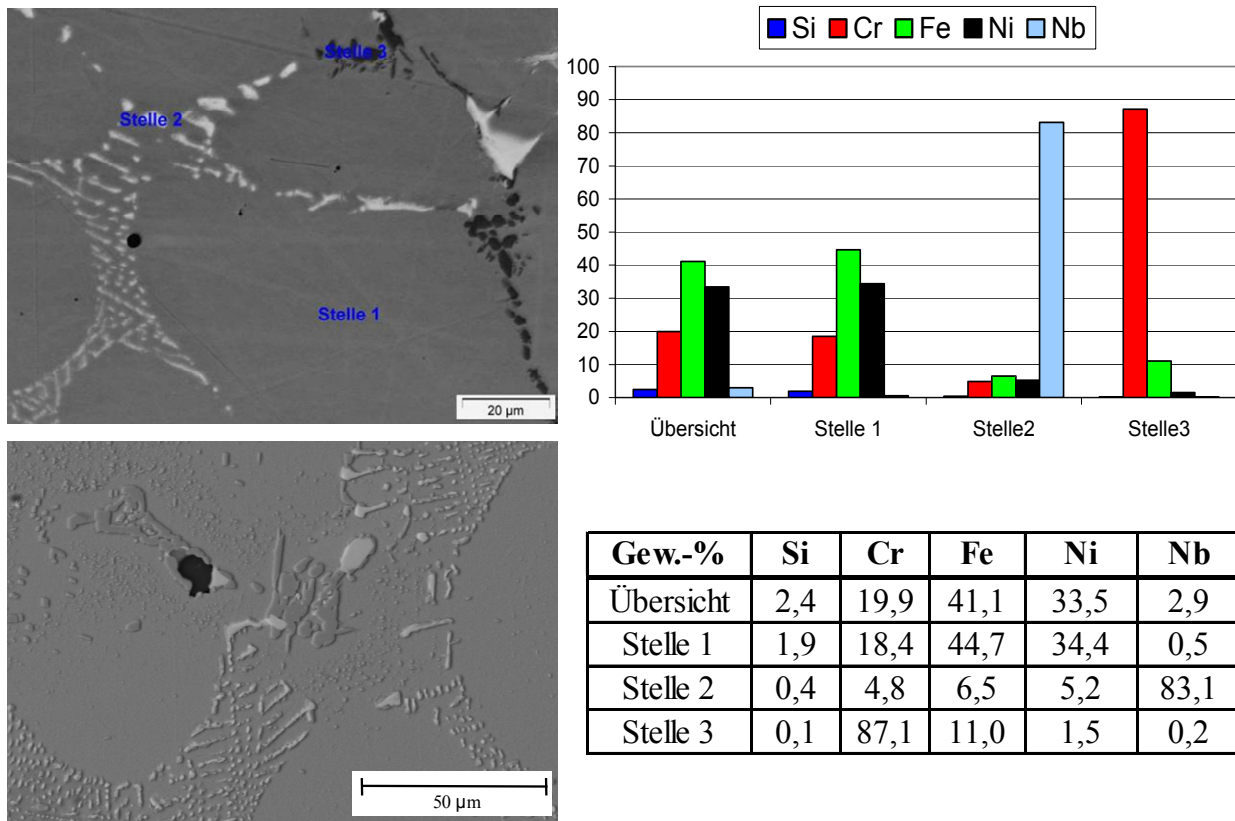


Abbildung 191: REM / EDX D11

Die hellen Partikel stellen Niobkarbide dar. Niob besitzt eine hohe Affinität zu Kohlenstoff und ist fast ausschließlich als Ausscheidung zu finden, was auch aus Tabelle 40 (Kapitel 5.2.1) erkenntlich wird. Auch Mischkarbide in der möglichen Form von  $(\text{FeCr})_3\text{C}$  sind an den Dendritengrenzen zu beobachten (siehe auch Abbildung 193). Die Analyse von Sauerstoff und Kohlenstoff mittels EDX ist nur bei Anregungsspannungen im Bereich von ca. 10 kV möglich. Die Detektion von Stickstoff gestaltet sich noch problematischer, da selbst die geringsten verwendeten Anregungsspannungen noch zu hoch sind. Abbildung 192 bezeichnet die bei D47 am Gefügeaufbau beteiligten Elemente. Hier ist zu erkennen, dass innerhalb der Ausscheidungswolken grobe Partikel von Niob und Chrom zu finden sind. In späteren TEM-Untersuchungen wird gezeigt, dass die Ausscheidungswolken aus Eisen-Chrom Mischkarbiden bestehen. Außerdem können im Gefüge viele Einschlüsse verschiedenster Zusammensetzungen festgestellt werden. Dies ist vor allem auf die Sauberkeit der jeweiligen Schmelze und nicht auf den Werkstoff selbst zurückzuführen. Interessant ist hier die Stelle 3. Im Gefüge selbst befindet sich kein Niob, aber ein deutlicher Wolframanteil ist zu erkennen. Das heißt, dass sich W sowohl in die Matrix einbaut als auch in den Ausscheidungen (siehe insbesondere Stelle 2) zu finden ist. Dies wird auch in den folgenden TEM-Ergebnissen bestätigt. Es lässt sich vermuten, dass Nb aufgrund des höheren Atomradius im Vergleich zu Ni, Cr und W (siehe Tabelle 6 in Kapitel 3.2.1) nicht in der Matrix zu finden ist.

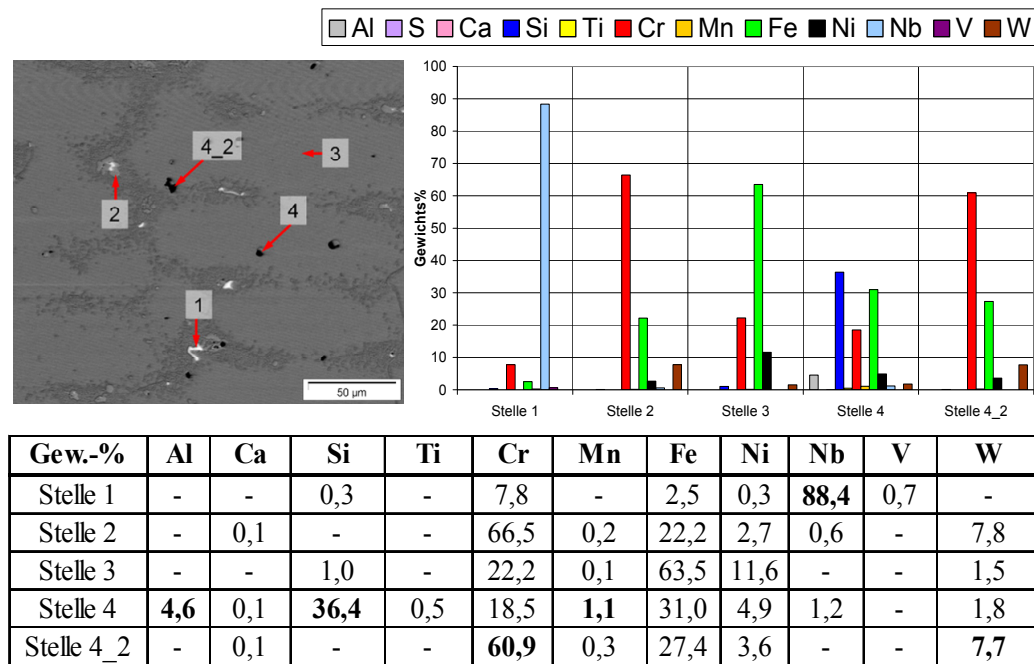


Abbildung 192: REM / EDX D47

In Abbildung 193 sind die einzelnen Gefügebestandteile vergrößert zu sehen. Die Ausscheidungen bestehen aus Karbiden bzw. Mischkarbiden, die hauptsächlich aus Cr, Nb und Fe bestehen. Auch hier ist EDX jedoch wieder im Auflösungsvermögen begrenzt, da immer ein Teil der Matrix bzw. auf der Oberfläche nicht sichtbare Karbide miterfasst werden.

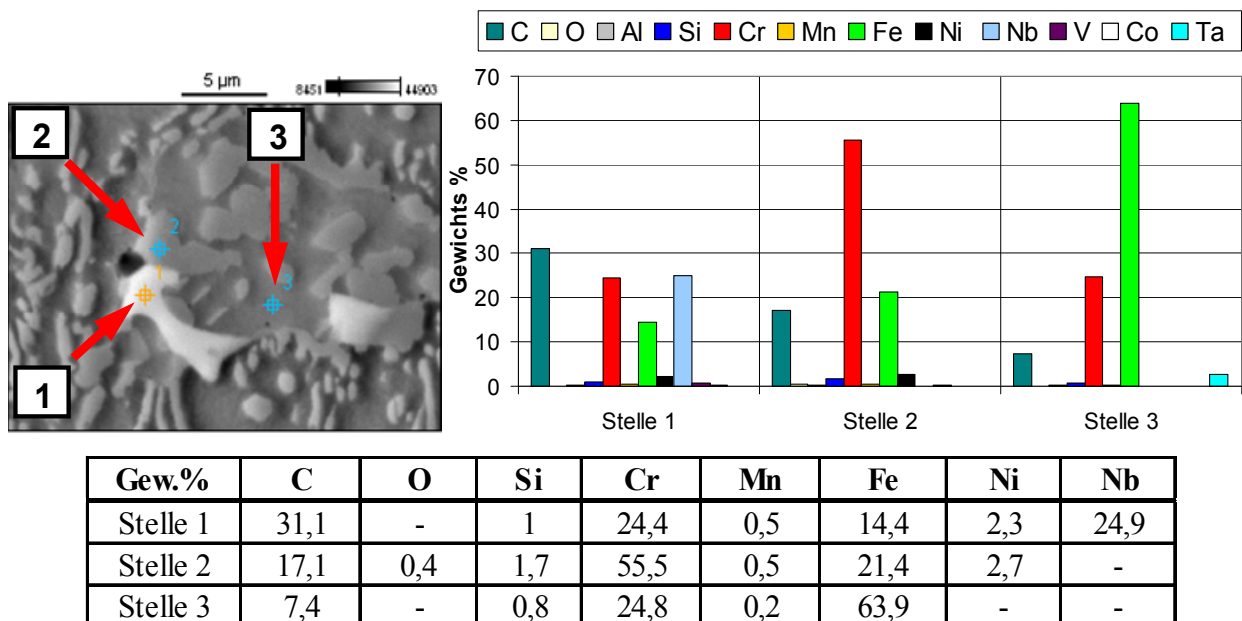


Abbildung 193: REM / EDX D47

Wie bereits erwähnt, ist eine reduzierte Anregungsspannung von 10 kV geeignet, um leichtere Elemente wie C und O zu bestimmen. In Abbildung 194 sind Partikel im Gefüge zu sehen, die aus einer Reihe verschiedenster Elemente bestehen. Besonders Kohlenstoff, Sauerstoff und Silizium sind in einem hohen prozentualen Anteil enthalten. Auch Schwefel ist in einem untersuchten Partikel zu finden.



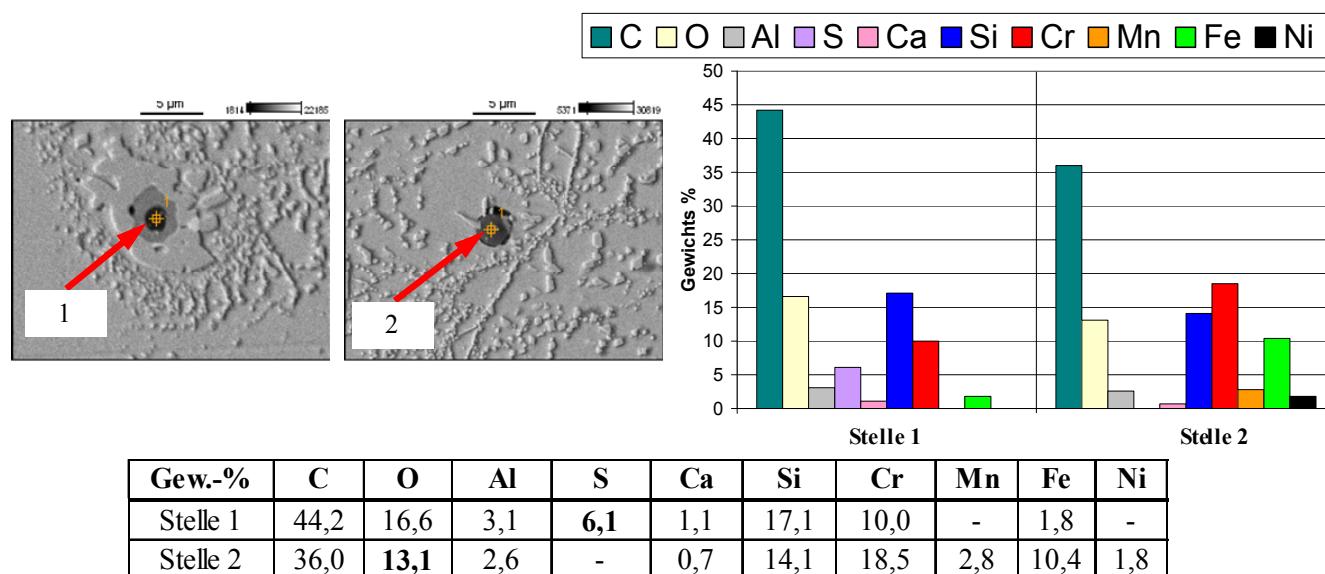


Abbildung 194: EDX, D47, 10kV

Mittels TEM und EDX ist in Abbildung 195 ein Mangansulfid-Einschluss in der Matrix bei D47 zu erkennen. Dieser ist teilweise nicht schlüssig mit der Matrix verbunden. Die Hohlräume stellen Mikrokerben im Gefüge dar und schwächen dieses somit in ihrer Festigkeit.

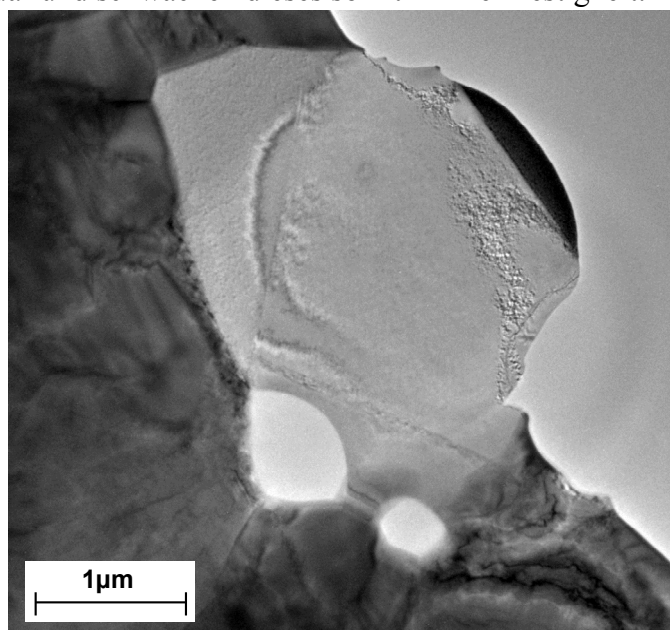


Abbildung 195: TEM: MnS-Einschluss

Zusätzlich sollen diese Sulfide in Zusammenhang mit einem negativen Oxidationsverhalten stehen. Sie bilden bevorzugte Angriffspunkte für Hochtemperaturkorrosion. Die Einschlüsse sind jedoch aufgrund ihrer Größe nicht mittels Lichtmikroskop sichtbar und somit nur schwer zu lokalisieren bzw. ihre Verteilung im Gefüge zu bestimmen.

Die Strukturen in Abbildung 196 stellen Mischkarbide dar. Der dunkle Teil der Ausscheidung ist in diesem Fall nicht mit der Matrix verbunden, was wie bei MnS Mikrokerben im Gefüge bedeutet.



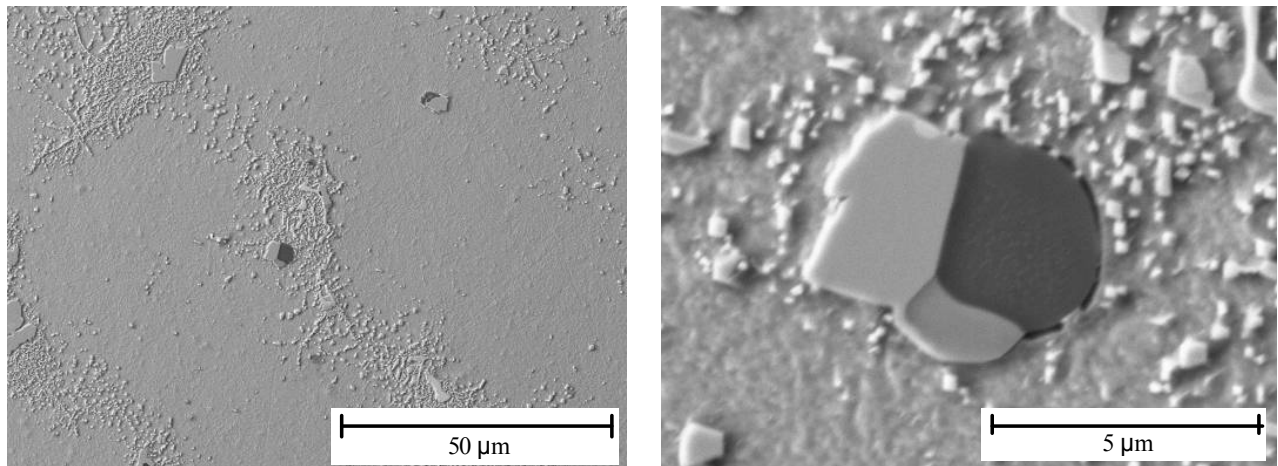


Abbildung 196: REM Besonderheiten Gefüge, D47

Eine weitere Möglichkeit diese Ausscheidungen bzw. Partikel zu untersuchen, ist die Rückstandsanalyse mittels Isolatherstellung durch das Auflösen der FeNiCr-Matrix und anschließender Analyse der zurückgebliebenen Bestandteile. Abbildung 197 zeigt eine beispielhafte Röntgenanalyse des gewonnenen Pulvers vom Werkstoff D47.

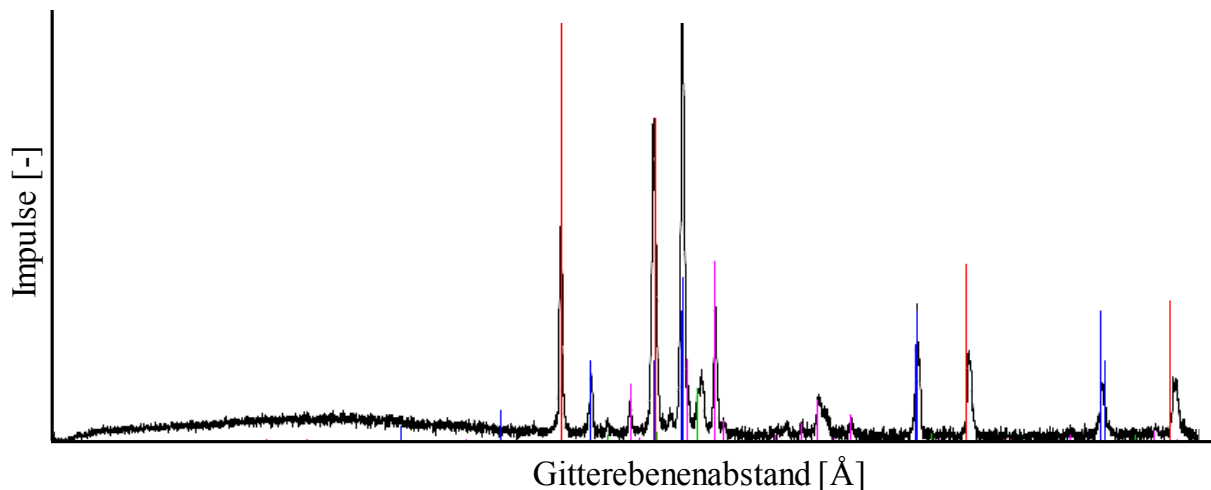


Abbildung 197: Röntgendiffraktogramm D47

Den Netzebenenabständen zuordenbare kristalline Verbindungen können aus dem Röntgendiffraktogramm bei D11 und D47 vor und nach der Auslagerung bestimmt werden. Mittels Software ergeben sich Phasen wie in Tabelle 63 dargestellt.

Tabelle 63: identifizierte Phasen

Probe				von Software identifizierte Phasen	
D11 Gusszustand	D11 ausgelagert	D47 Gusszustand	D47 ausgelagert	Name	
ja	ja	ja	ja	NbC	Niobcarbid
ja	ja	ja	ja	Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	Chromcarbid
-	-	-	ja	Cr <sub>2</sub> C	Chromcarbid
ja	-	ja	-	CrN	Chromnitrid
-	-	ja	-	Cr <sub>2</sub> N <sub>0,39</sub> C <sub>0,61</sub>	Chromcarbonitrid

Sowohl Nb- als auch Cr-Karbide sind zu finden. N taucht hier nur in Verbindung mit Cr auf. Es ist möglich, dass Bestandteile wie z.B. NbN durch die Säure aufgelöst werden und nicht mehr analysierbar sind. Kleine Partikel können bei der Präparation verloren gehen. Auch die Interpretation zeigt sich als problematisch, da mittels Mikroskop und EDX jeweils nur ein paar Partikel untersucht werden können. Allgemein sind die gefundenen Rückstände jedoch sehr unterschiedlich.

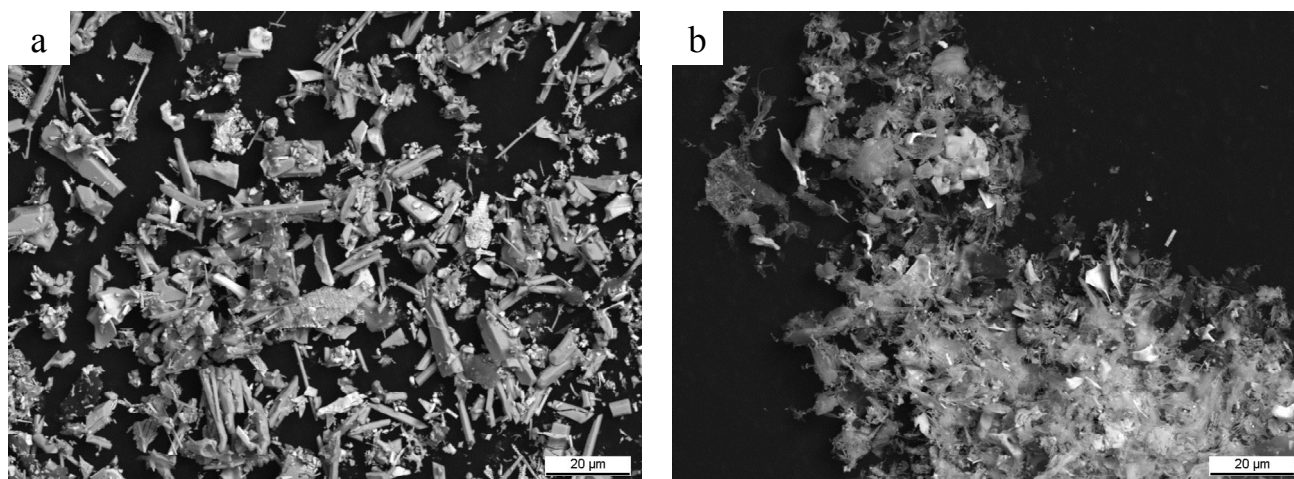
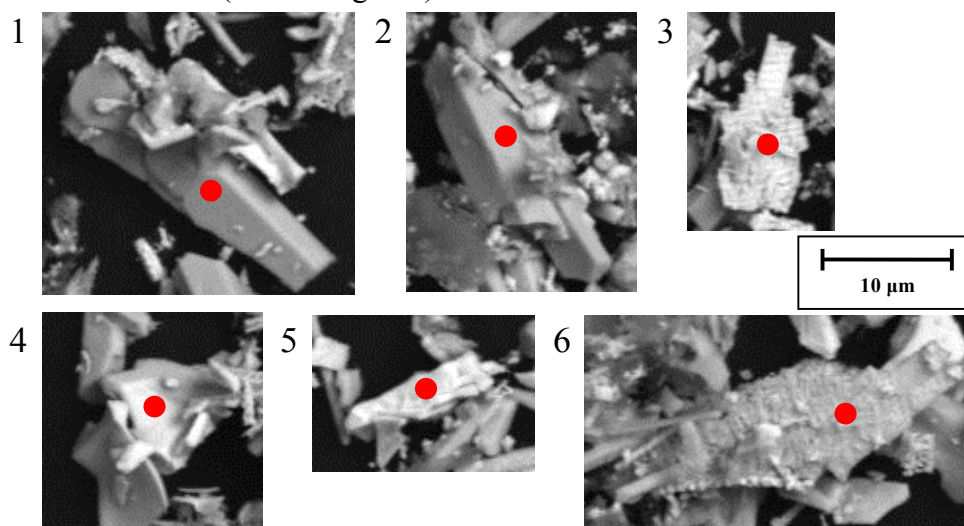


Abbildung 198: Rückstände Gusszustand a) D11, b) D47

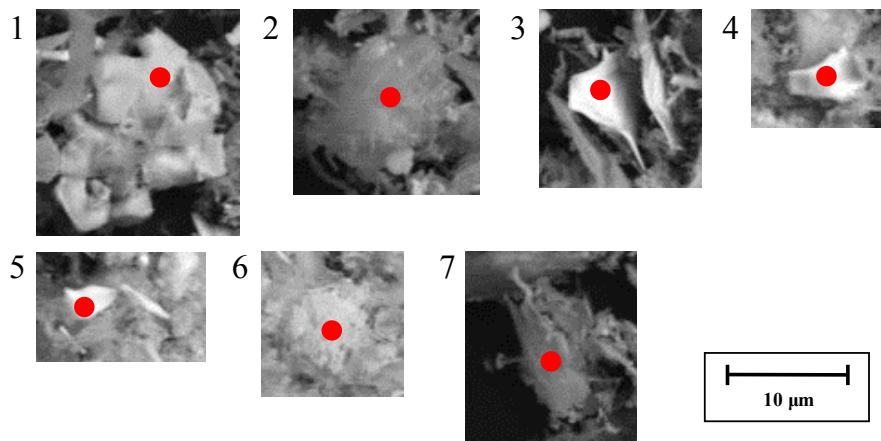
Die aus D11 (Gusszustand) in Abbildung 198 a) gefundenen Rückstände werden mittels REM und EDX (Abbildung 199) analysiert. Alle Partikel weisen eine karbidische Zusammensetzung auf und bestehen hauptsächlich aus NbC und CrC (Abbildung 199).



		Legierungselemente						
		C	O	Si	Cr	Fe	Ni	Nb
Partikel	1	4,8	-	-	82,3	10,8	0,9	1,2
	2	14,6	-	-	73,9	9,7	0,7	1,1
	3	32,5	-	-	22,7	3	0,4	41,4
	4	23,3	-	-	4	0,5	-	72,3
	5	17,4	1,7	-	2,5	-	-	78,4
	6	40,8	4,4	0,4	21,7	2,4	-	30,3

Abbildung 199: D11 Gusszustand

Im Gegensatz dazu zeigt Abbildung 200 die Rückstände von D47 (Gusszustand). Die Zusammensetzungen sind sehr ähnlich zu den Partikeln bei D11. Zusätzlich wurde Wolfram vor allem in Partikeln mit hohem Chromanteil gefunden. Nickel und Eisen aus der Matrix sind größtenteils aufgelöst. In beiden Fällen konnten mittels dieses Verfahrens jedoch weder bei D11 noch bei D47 Partikel mit Stickstoffanteil direkt festgestellt werden.



		Legierungselemente							
		C	O	Si	Cr	Fe	Ni	Nb	W
Partikel	1	9,8	-	-	74,2	7,2	-	1,2	7,2
	2	36,9	-	0,3	41,6	14	2	3,3	2
	3	44,1	4,2	-	6,3	0,4	-	44,2	0,2
	4	34	13,8	0,9	21,6	2,3	-	26,1	1,1
	5	28,2	-	-	18,5	4,1	0,8	47	1
	6	27,3	-	-	56	10,1	0,7	2,8	2,9
	7	40,7	8,2	-	26,3	18,1	4	1	0,9

Abbildung 200: D47 Gusszustand

Bei D47 ist insgesamt ein geringerer Anteil an Niob in den Partikeln zu finden. Es können teilweise große prozentuale Anteile an Wolfram gemessen werden.

Um die Genauigkeit der Ergebnisse zu erhöhen, werden zusätzlich TEM Untersuchungen in Verbindung mit REM und EDX durchgeführt. Aufgrund der Kosten dieser Messungen liegt der Fokus nun auf dem neuen Werkstoff D47. Zur besseren Übersicht ist in Abbildung 201 im Schliff mittels REM der Aufbau der Karbidstruktur im Überblick und im Detail zu sehen. An den Dendritengrenzen befinden sich eher grobe Ausscheidungen, die lamellare und kleinere runde Partikel umschließen. Der weiße Pfeil zeigt einen Einschluss im Gefüge. Die beiden schwarzen verdeutlichen den unterschiedlichen Aufbau bzw. Größe der Ausscheidungen.

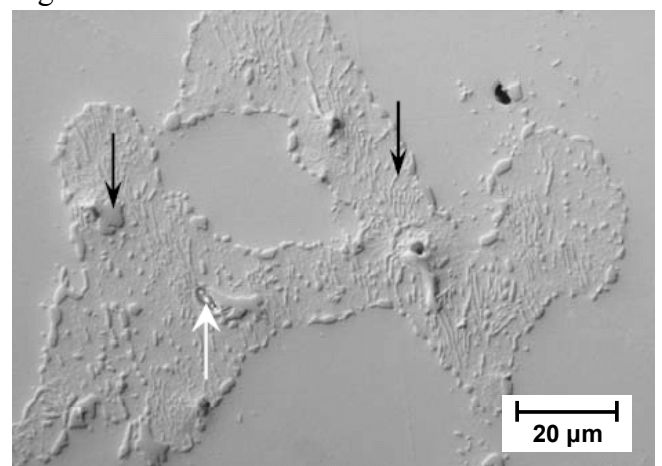
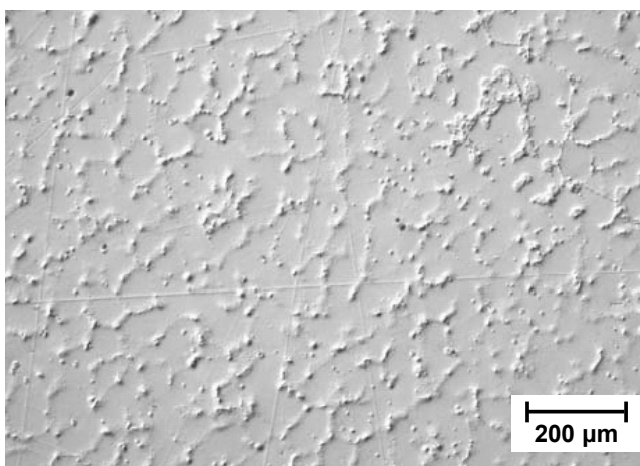


Abbildung 201: REM D47

Im ersten Schritt der TEM-Probenpräparation findet die Abscheidung eines Schutzstreifens statt, um die Oberfläche vor Artefakten durch den Ionenstrahl des FIB zu schützen. Der Bereich des Primäraustenits und der der Ausscheidungen werden näher untersucht.



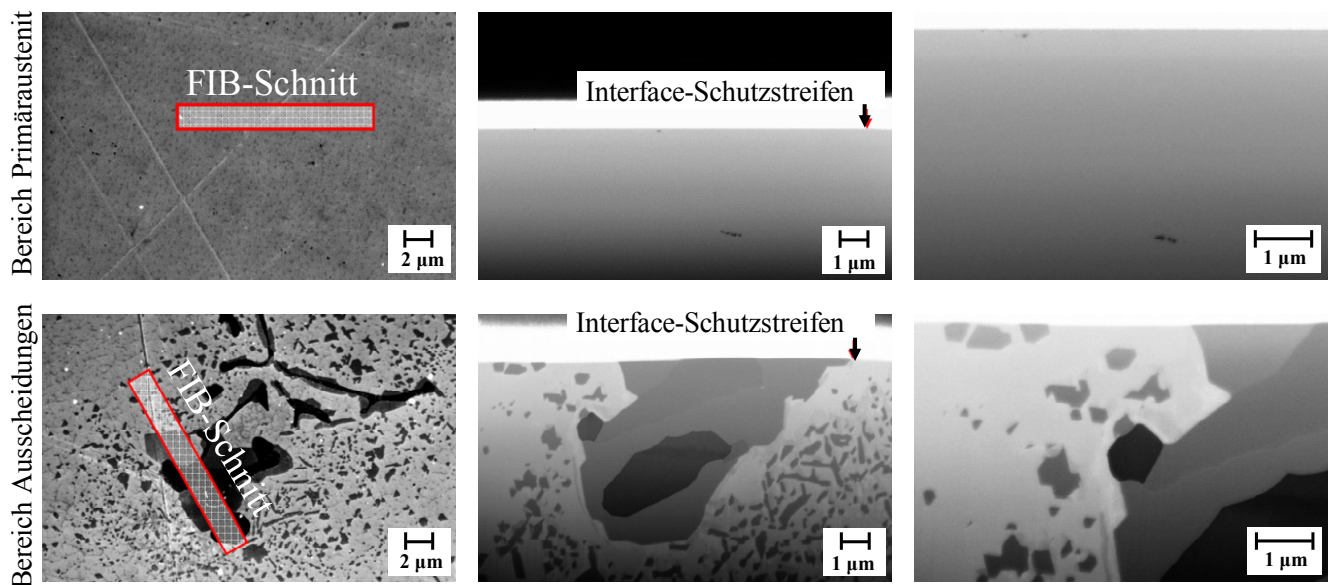


Abbildung 202: FIB-Schnitte

Anschließend werden TEM-Aufnahmen der bereits auf Elektronendurchlässigkeit gedünnten Bereiche in Abbildung 203 angefertigt. In a) und b) sind feine, parallel verlaufende Nadeln im Austenitgefüge, in c) und e) Bereiche mit verschiedenartigen Ausscheidungen, Karbiden und Einschlüssen dargestellt. Das REM-Bild in d) bietet eine bessere Sichtbarkeit der Ausscheidungen durch den Z-Kontrast.

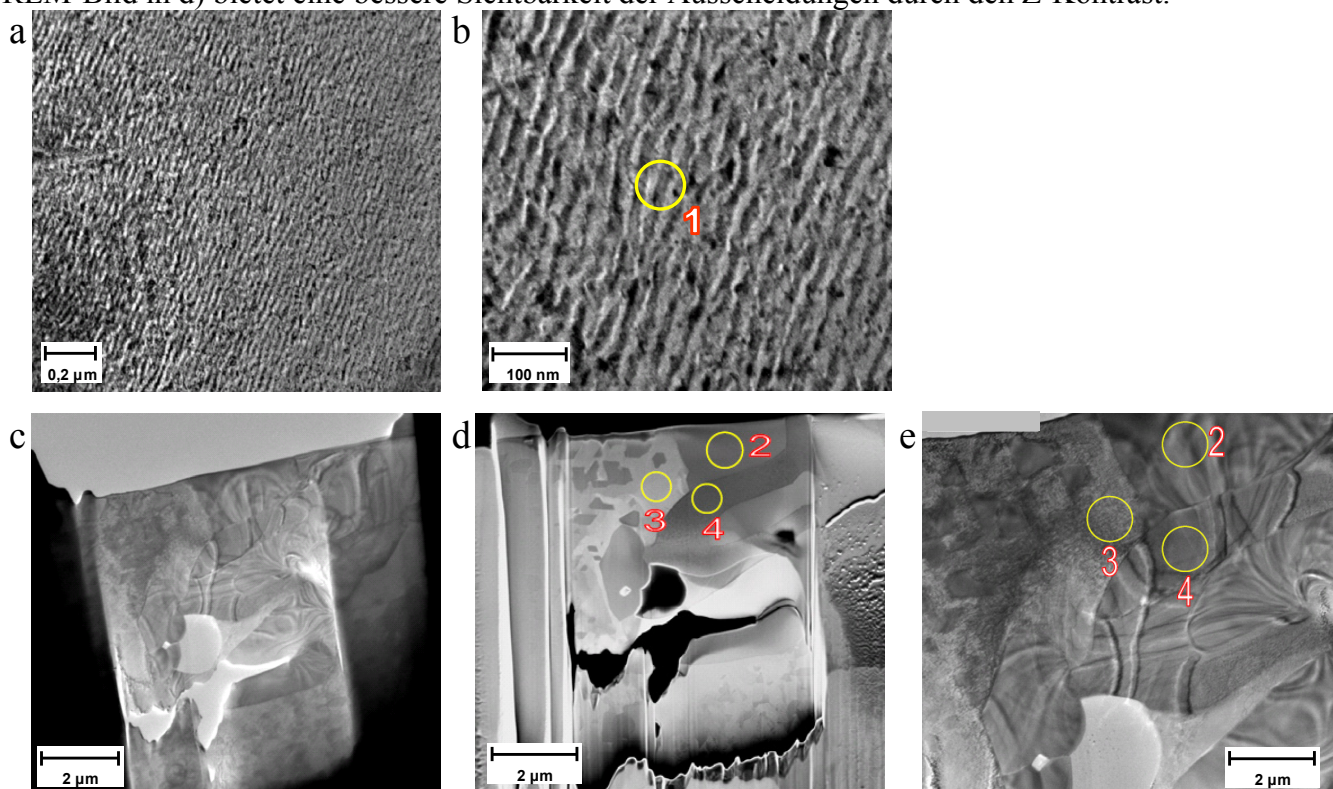


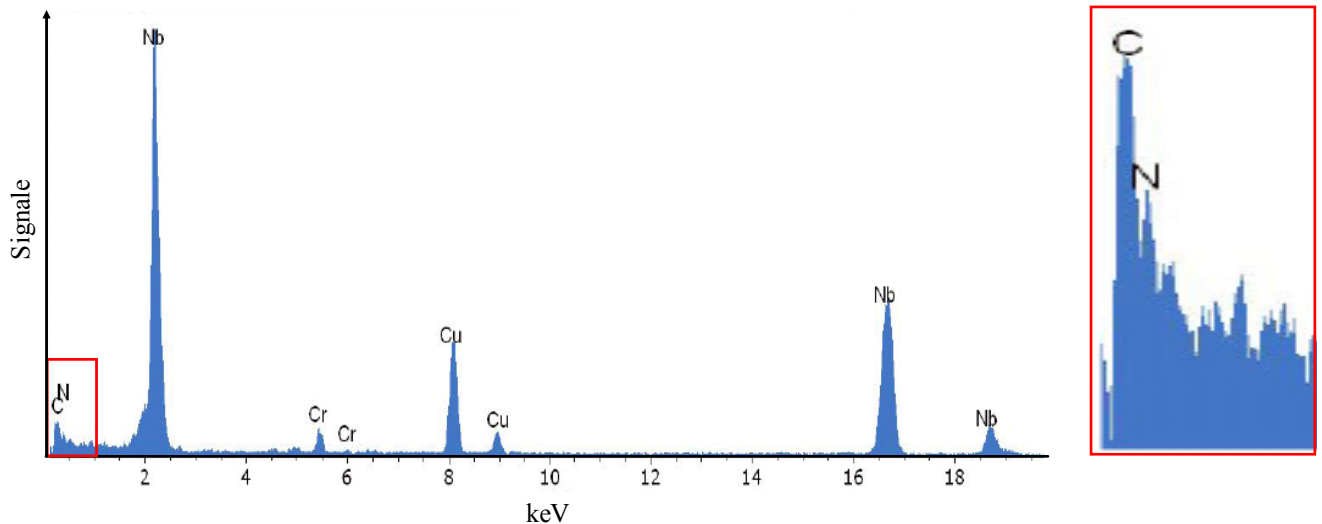
Abbildung 203: TEM a) und b) Primäraustenit, c) , d) und e) Einschlüsse

Im Austenit (Stelle 1 in Abbildung 203 b) ist vor allem Fe zu finden. Weitere Elemente sind C, Cr, Ni, W und Si. Auch hier zeigt sich wieder, dass W im Matrixgefüge gebunden ist. Im Gegensatz dazu befindet sich ein hoher Anteil an Cr in der Ausscheidung an Stelle 2 und 4, weiterhin auch C, O, Fe, Si und Ni. Im Mischgebiet zwischen Austenit und Ausscheidung wird vor allem Fe detektiert, zusätzlich C, O, Cr, Si, W und Ni. Beim Untersuchen einer weiteren Ausscheidung (Stelle 3) kann C, N, Nb und Cr analysiert werden. Nur hier wird Nb und N nachgewiesen, was vermutlich die Verbindung NbN einnimmt. Diese Vermutung wird in Abbildung 206 weiter gefestigt. Nur an den Stellen 1 und 3 kann



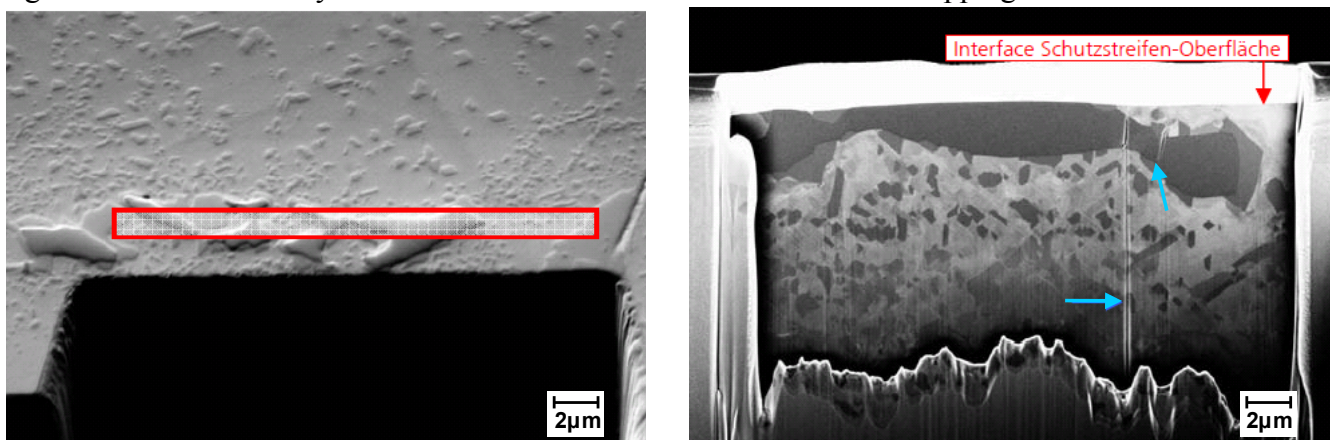
mittels EDX Wolfram nachgewiesen werden, der sich somit substituierend ins Austenitgitter eingebaut hat. Nb kann jedoch wiederum im Primärgefüge nicht gefunden werden.

Die genaue Analyse des Stickstoffgehalts stellt sich jedoch auch hier als problematisch heraus, da es sich um einen geringen prozentualen Gehalt handelt und außerdem das N-Maximum im Röntgenenergiespektrum mit dem C-Maximum zusammenfällt (Abbildung 204). Die Anzahl der Signale hängt nicht mit dem Anteil an Stickstoff zusammen. Eine Angabe des genauen Gehalts ist somit nicht möglich.



**Abbildung 204: Elementanalyse: C,N, Nb, Cr (Cu des Kupfergitter des Analysenapparates)**

An einer Stelle mit topologisch hervorstehenden Karbiden wird ein weiterer FIB-Schnitt angefertigt. Das Rechteck in Abbildung 205 kennzeichnet den Bereich der Untersuchung. Besonderes Augenmerk liegt auf der Elementanalyse der verschiedenen Karbide durch Elementmappings.



**Abbildung 205: TEM Karbide**

Aufgrund des Ätzens oder der Elektronen des Mikroskops erscheinende Artefakte sind gekennzeichnet. In den Elementmappings sind diese nicht zu sehen. Abbildung 206 illustriert den möglichen Aufbau von Ausscheidungen mit Hilfe von EDX an einer Lamelle von ca. 200-300 nm Dicke, d.h. mit einer stark gedünnten Probe, um die Untergrund-Fehler zu verringern. Es sind größere und kleinere Ausscheidungen zu sehen, die sich als stabile Phasen aus der Schmelze bzw. dem Festkörper ausgeschieden haben.

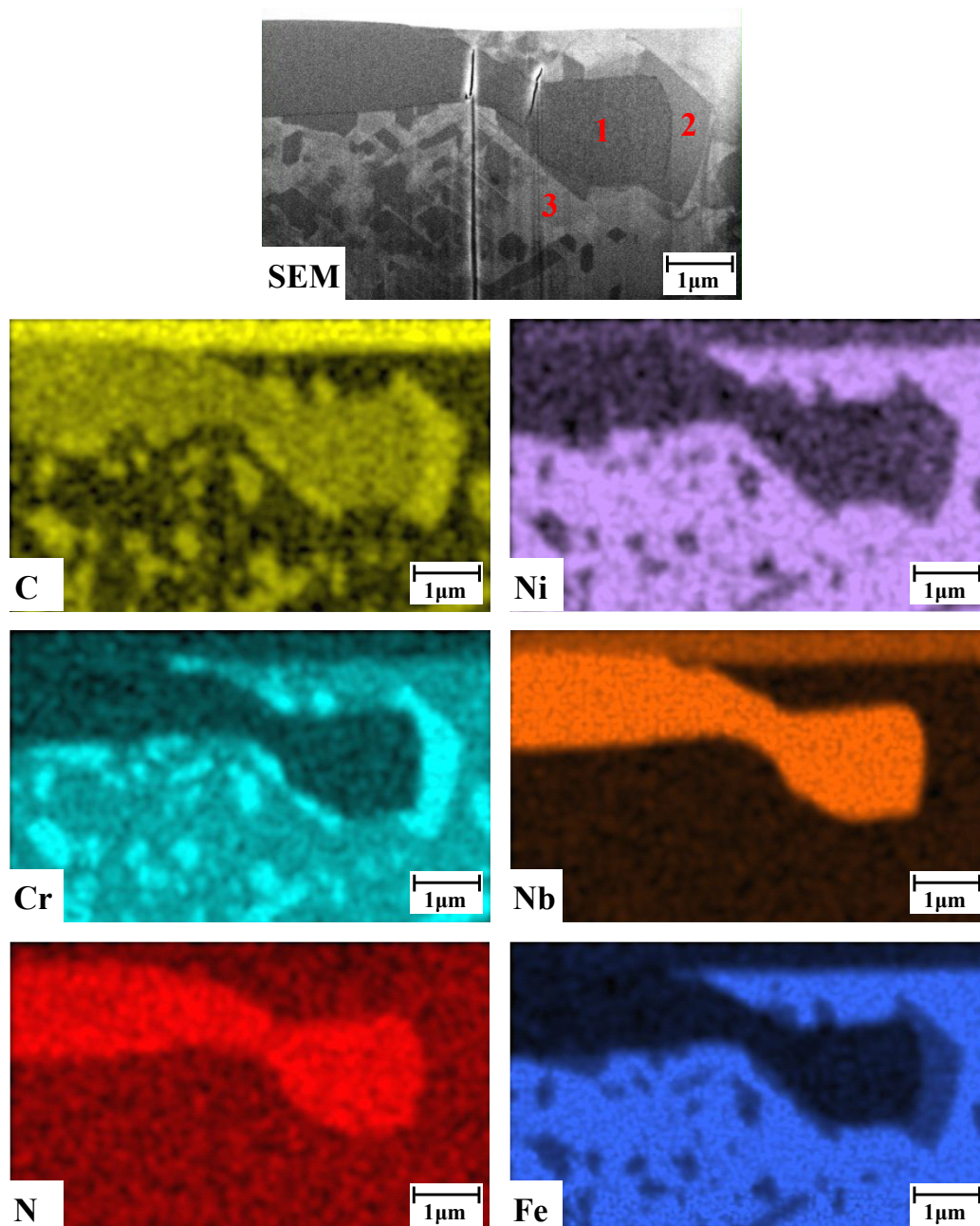


Abbildung 206: D47 EDX-Elementmapping der TEM-Probe

An Stelle 1 ist ein großflächiges NbC zu erkennen. Der Stickstoff ist hauptsächlich in dieser Verbindung gebunden. Während Raghavan [97] vor allem die Verbindung  $\text{Cr}_2\text{N}$  in dieser Art von Stählen vorschlägt, ist hier jedoch deutlich Nb in Kombination mit N zu finden. NbCN wird in diesem Fall von CrC an Stelle 2 umschlossen. Niob selbst ist in CrC nicht direkt zu finden. Außerdem befindet sich ein deutlich erhöhter Anteil an C und Fe in CrC als vergleichsweise in NbC. Der Austenitbereich, die FeNiCr-Matrix an Stelle 3 hat wenig bis kein Nb. Der Schutzstreifen besteht hauptsächlich aus Niobkarbid. Damit lässt sich gut das Hintergrundrauschen im Vergleich zu den einzelnen Gefügebestandteilen darstellen. Ein erhöhter Stickstoffanteil ist nur im Bereich des NbC zu messen. Eventuelle N-Anteile in der Matrix werden durch das Hintergrundrauschen überdeckt. Wolfram ist allgemein schwer mit dieser Methode nachzuweisen, da dessen Linien aufgrund der Anregung sehr schwach sind und teilweise von anderen Elementen überlagert werden. Eine lokale Zuordnung von W ist tendenziell in einzelnen Punkt EDX-Messungen sowohl in den CrC-Mischkristallen als auch in der Matrix erkennbar. An dieser Stelle ist auch das Löslichkeitslimit von Stickstoff in der Schmelze zu erwähnen, welches zwischen 0,2 und 0,4 Gew.-% liegt. Die Simulation ergibt ein Limit von ca. 0,35 Gew.-%. Die Löslichkeit im Eisengitter liegt jedoch bei nur ca. 20 ppm, was durch Chrom und

Mangan erhöht wird. Diese prozentualen Bereiche sind jedoch analytisch schwierig zu messen. Nach Bürgel [06] wird im Allgemeinen Stickstoff zu Austeniten ähnlich wie C zulegiert. N hat eine hohe Löslichkeit besonders in MC-Karbiden wie z.B. in Kombination mit Nb, was wie bereits erwähnt zur Bildung von Karbonitriden der Art  $M(CN)$  führt. Stickstoff wird besonders an der Grenzfläche der Ausscheidungen abgesondert, was die Ausscheidung weiterer Karbide an diesen Keimbildungsstellen begünstigt [Shingledecker 07]. Abbildung 207 konzentriert sich auf das Element Niob. Wenig bis gar kein Niob befindet sich in den kleineren Ausscheidungen bzw. in der Matrix.

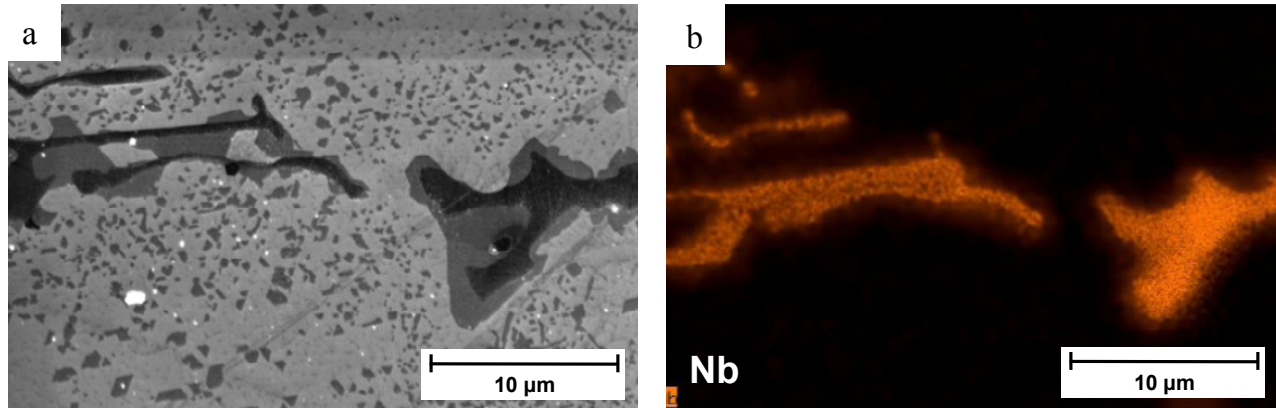


Abbildung 207: a) REM, b) Elementmapping Niob

Während sich dieses Kapitel mit den Werkstoffen in Gusszustand beschäftigt, werden anschließend die Werkstoffe bei Temperaturbeanspruchung näher untersucht.

### 5.3.2 Verhalten bei Temperaturbeanspruchung

Durch thermischen Einfluss werden mechanische und korrosive Belastungen stark verstärkt. Der Einfluss der Legierungselemente auf die diversen Eigenschaften der Werkstoffe kann sich bei Temperaturbeanspruchung drastisch verändern. Der Fokus liegt in diesem Kapitel hauptsächlich auf Eigenschaften wie Kriechen, Festigkeit, Gefügestabilität, thermische Ermüdung und Oxidationsverhalten in Bezug auf die Werkstoffe D11 und D47.

#### 5.3.2.1 Festigkeit und Kriechen

Nach DIN [Norm a] sind die mechanischen Hochtemperatureigenschaften gegliedert in Zugversuche und Kriechversuche bei unterschiedlichen Temperaturen. Die Ergebnisse des Zugversuchs sind hier Zugfestigkeit, Dehngrenze und Bruchdehnung. Bei den Kriechversuchen wird die mittlere Spannung für einen Bruch nach 100 bzw. 1000 Stunden und eine 1% Dehnung nach 1000 Stunden ermittelt.

Dieses Kapitel zeigt die Untersuchungsergebnisse der Zug- und Kriechversuche von D11 und D47 im Vergleich. Da es bei hohen Temperaturen zu großen Ungenauigkeiten von E-Modul und Dehnung kommt, sind diese in Abbildung 208 wiederum nur bei Raumtemperatur angegeben. Die Erhöhung der Gleichmaßdehnung bei D47 im Vergleich zu D11 kann in der Struktur der Karbidausscheidungen begründet werden. D47 hat eher runde Ausscheidungen, die im Gegensatz zu lamellenförmigen Partikeln eine reduzierte Kerbwirkung im Mikrobereich besitzen.



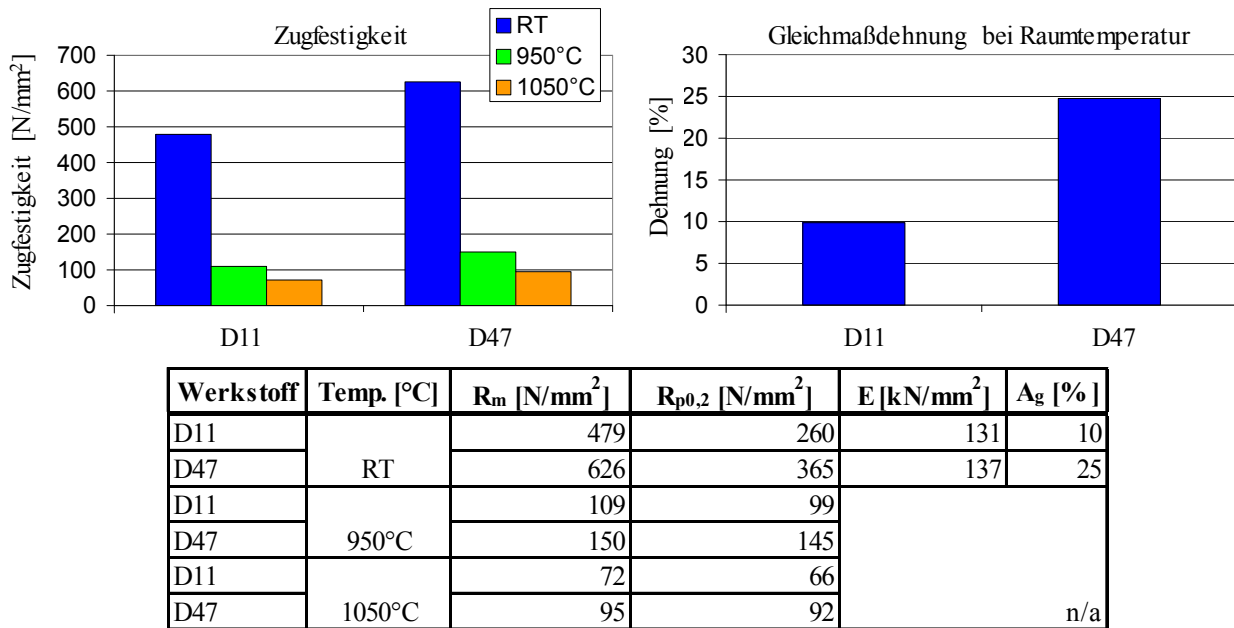


Abbildung 208: Zugfestigkeiten und Dehnvermögen

In allen Temperaturbereichen ist der Werkstoff D47 der Legierung D11 überlegen. Insbesondere bei 1050°C wird bei D47 die Zugfestigkeit um ca. 20 N/mm<sup>2</sup> gesteigert.  $R_m$  und  $R_{p0,2}$  kann nach den Formeln 7 und 6 (Kapitel 3.1.2) vorab abgeschätzt werden. Da besonders Silizium und Wolfram in die Rechnung mit eingehen, ist hier eine gute Übereinstimmung zu finden. Der Elastizitätsmodul aus den Zugversuchen ist stark abhängig von der jeweils verwendeten Software bzw. dem Anlegen der Steigungsgeraden. Mittels Grindosonic wird ein E-Modul bei D11 von 165 kN/mm<sup>2</sup> und bei D47 von 168 kN/mm<sup>2</sup> ermittelt. Beide Werkstoffe sind hier nahezu identisch. Verantwortlich für Schwankungen sind mögliche Fehlstellen, Einschlüsse und Seigerungen im Guss. Bei Härtemessungen ergibt sich ein ähnliches Ergebnis. Während die Makrohärte bei D11 im Bereich von ca. 185 bis 200 HB liegt, ergibt sich bei D47 ein Bereich von ca. 190 bis 195 HB. Bei beiden Werkstoffen liegt die Mikrohärte in der weichen Grundmatrix bei ca. 170 HV, im Bereich der karbidischen Ausscheidungen bei ca. 400 HV. Bei den modifizierten Kriechversuchen werden Spannungssprünge von 50, 15 und 10 N/mm<sup>2</sup> je Stunde bei 700, 950 und 1050°C durchgeführt. In den Stufen eins bis drei sind bei 1050°C in Abbildung 209 keine nennenswerten auswertbaren Steigungen erkennbar.

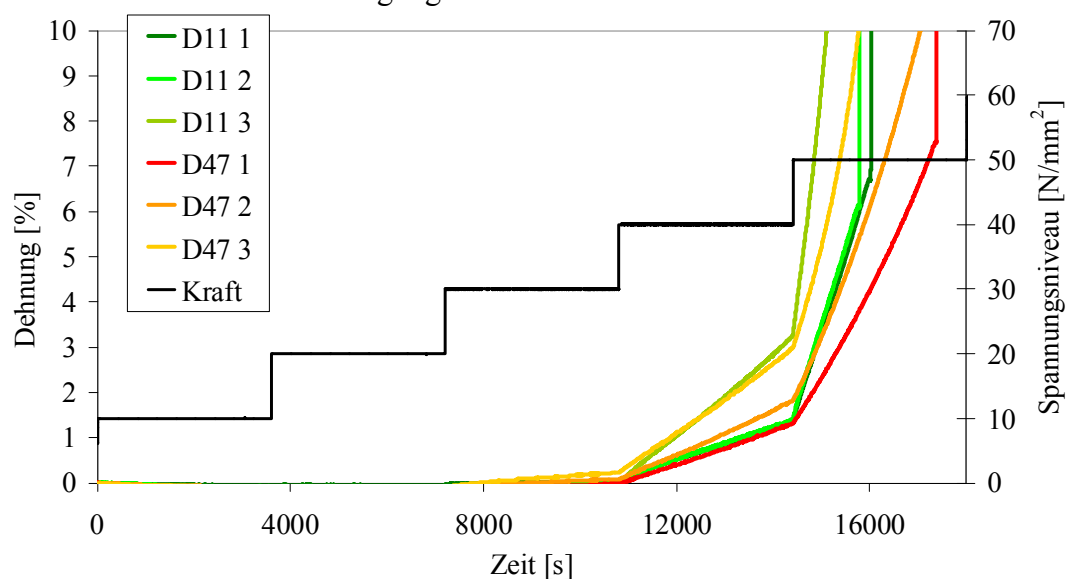


Abbildung 209: Kriechversuche 1050°C

Abbildung 210 zeigt die Auswertung der Kriechsteigungen in der vierten Stufe. Bei D47 ist bei je drei Versuchen eine reduzierte Durchschnitts-Steigung (Dehnung pro Zeit) im Vergleich zu D11 von ca. 0,000085 %/s erkennbar.



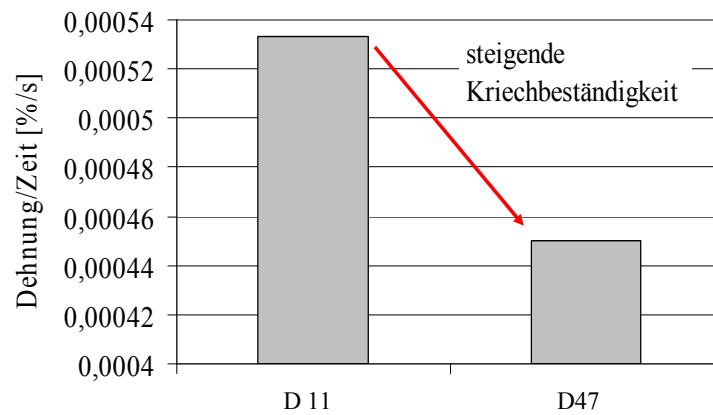


Abbildung 210: Kriechsteigung bei 40 N/mm<sup>2</sup> Spannungsniveau, 1050°C

Die Schwankungen der Versuchsergebnisse können durch Fehlstellen und Inhomogenitäten in den Proben begründet werden. Während nach Rablbauer *et al.* [02] der sekundäre Kriechbereich im Bereich von ca.  $4 \times 10^{-5}$  %/s liegt, ergeben die Messungen hier 0,0004 bis 0,00054 %/s. Mittels der Dehnraten kann das sogenannte Norton-Diagramm für 1050°C dargestellt werden.

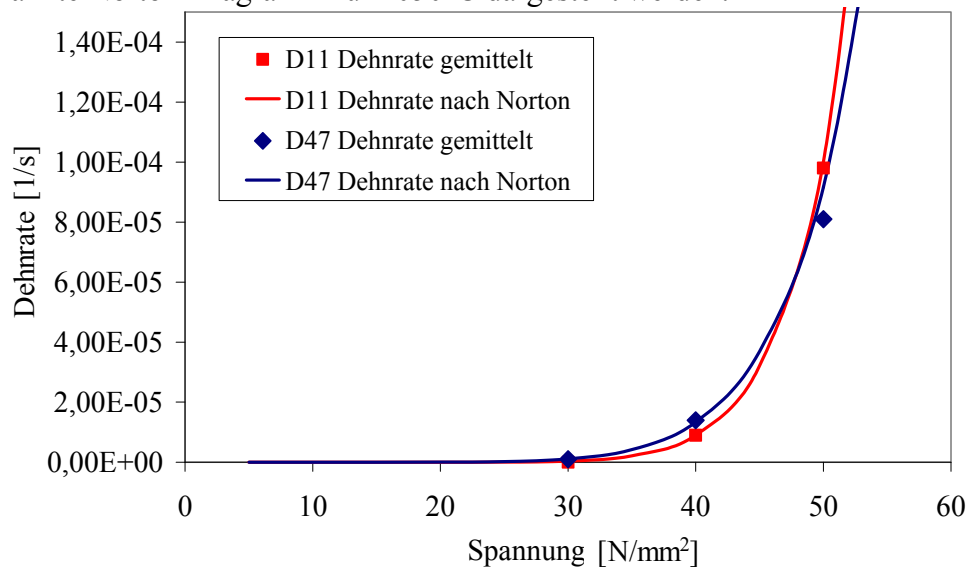


Abbildung 211: D11, D47, Diagramm Norton, 1050°C

Bei den verschiedenen untersuchten Temperaturen in Kombination mit den Auswertungen aus Kapitel 3.2 ergeben sich aus dem Diagramm folgende Kriechexponenten.

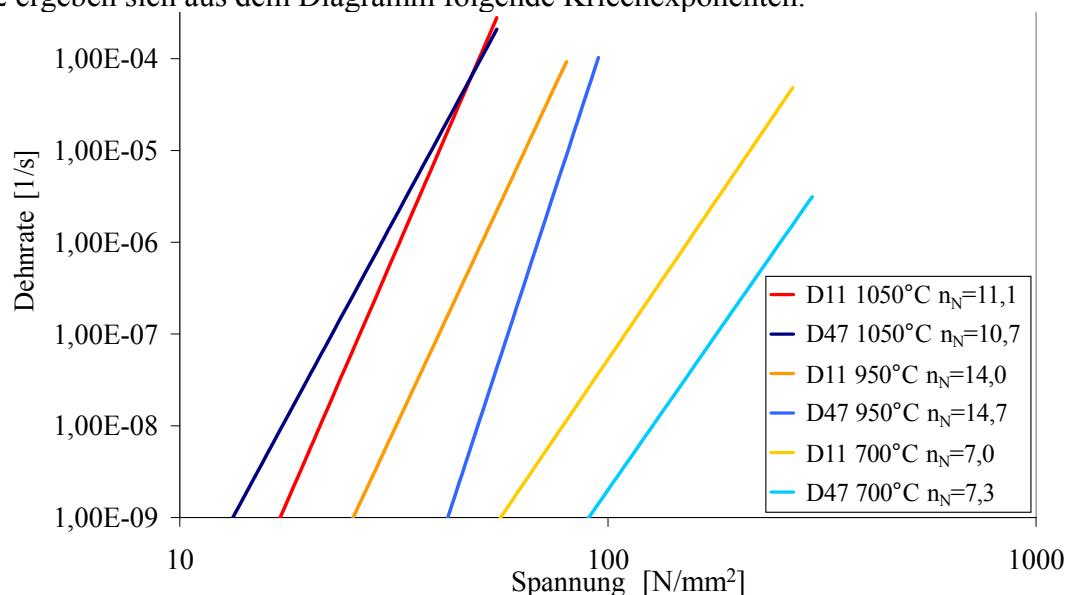


Abbildung 212: Kriechexponent nach Norton

Allgemein haben die Norton-Parameter beim direkten Vergleich der Legierungen eine eher geringe Aussagekraft. Sie werden für die Modellbildung in Software zur Festigkeitsberechnung benötigt, um den Kriecheinfluss in der Simulation zu bestimmen.

Zur Absicherung der Stufen-Kriechversuche werden außerdem gezielt Standard-Zeitstandversuche mit D11 und D47 durchgeführt (Abbildung 213).

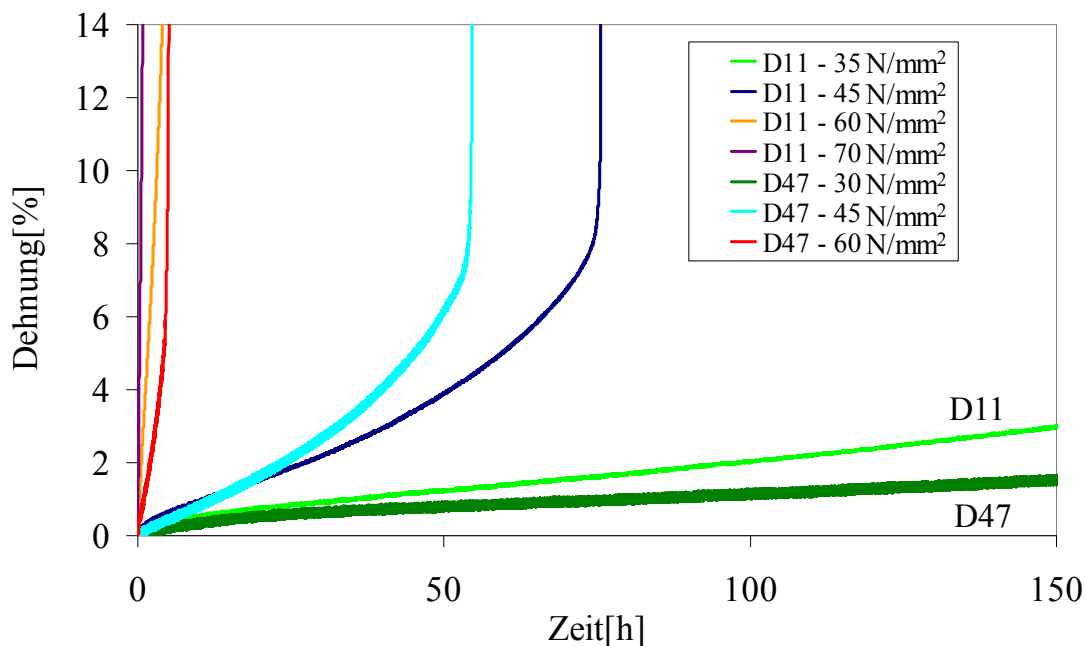


Abbildung 213: Zeitstandfestigkeit 950°C, D11, D47

Die maximale Versuchsdauer bei D47 mit 30 N/mm<sup>2</sup> ergibt sich zu 530 Stunden bzw. ca. 22 Tagen. Aus diesen Daten kann in Abbildung 214 a) das Kriechverhalten mittles der Zeit bis zum Bruch und in b) das Kriechverhalten mittels der Zeit bis zu 1 % Dehnung nach 1000 h bestimmt werden.

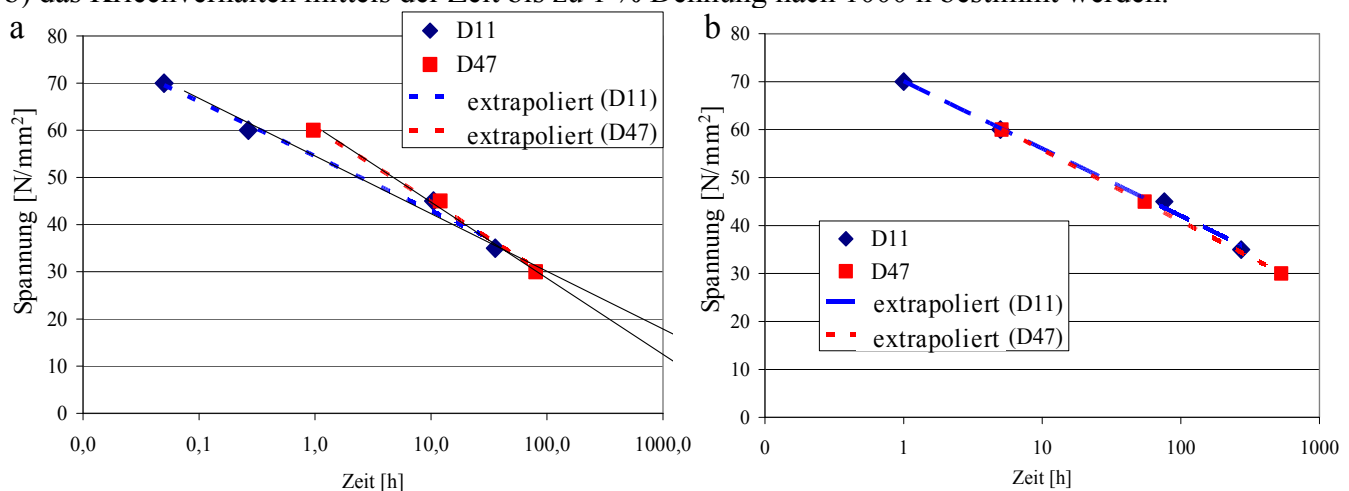


Abbildung 214: a) Kriechverhalten: Zeit bis Bruch, b) Kriechverhalten: Zeit bis 1% Dehnung / 1000 h

Dabei ergeben sich folgende Spannungen für 100 h bzw. 1000 h bis zum Bruch.

Tabelle 64: Kriechverhalten: Zeit bis zum Bruch

	D11	D47
100 h	42 N/mm <sup>2</sup>	41 N/mm <sup>2</sup>
1000 h	28 N/mm <sup>2</sup>	26 N/mm <sup>2</sup>

Die Werkstoffe können bis zu 42 bzw. 41 N/mm<sup>2</sup> belastet werden, um nach 100 h zu versagen; respektive 28 bzw. 26 N/mm<sup>2</sup> nach 1000 h.

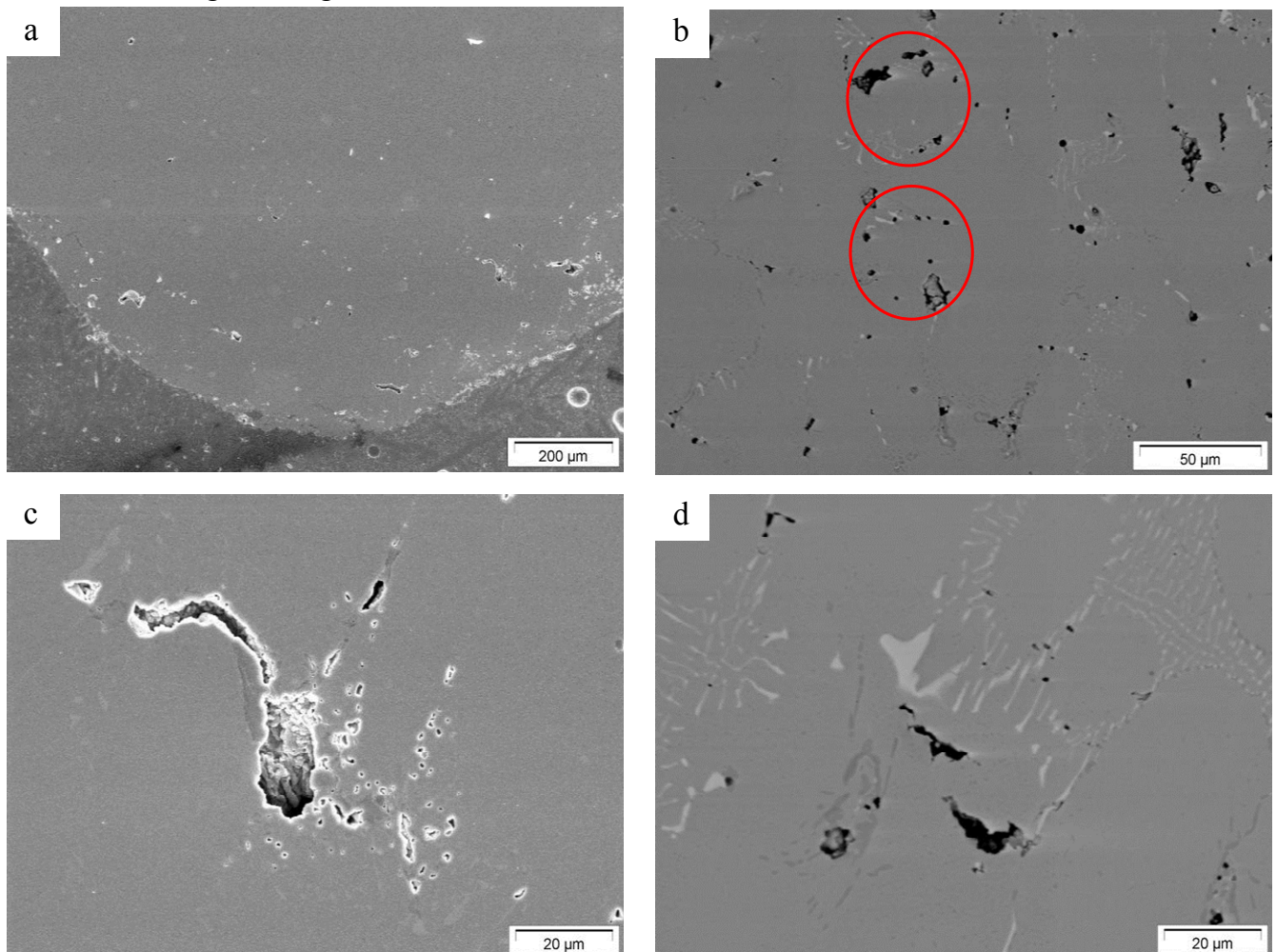
Damit die Dehnung nach 1000 h 1 % nicht übersteigt, dürfen die Werkstoffe mit maximal 17 bzw. 16 N/mm<sup>2</sup> belastet werden. In dieser Arbeit ist es aufgrund der Laufzeit der Kriechversuche nicht möglich, ausreichend Daten für 1% Dehnung nach 10000 h zu generieren.

**Tabelle 65: Zeit bis zu 1% Dehnung / 1000h**

	<b>D11</b>	<b>D47</b>
1000 h	17 N/mm <sup>2</sup>	16 N/mm <sup>2</sup>

Abschließend lässt sich sagen, dass die beiden Werkstoffe in ihrer Kriechbeständigkeit mit Berücksichtigung der enthaltenen Fehlerquellen nahezu identische Daten liefern. Die gefundenen Differenzen liegen innerhalb der Messfehler der Kriechversuche bzw. in den Ungenauigkeiten der Auswertungen.

Abbildung 215 zeigt Kriechporen im Werkstoff D11 mittels Metallographie-Untersuchungen der Kriechversuchsproben. Eine Porenbildung ist ausschließlich auf den Ausscheidungen im Gefüge zu finden (d). Diese Ausscheidungen befinden sich an den Dendritengrenzen. Neben kleinen runden Poren sind außerdem große Kavernenporen zu sehen (c), die innen eine raue Oberfläche aufweisen. Während Grabke *et al.* [86] hauptsächlich eine Porenbildung senkrecht zur Zugrichtung beschreiben, lässt sich hier keine Vorzugsrichtung erkennen.



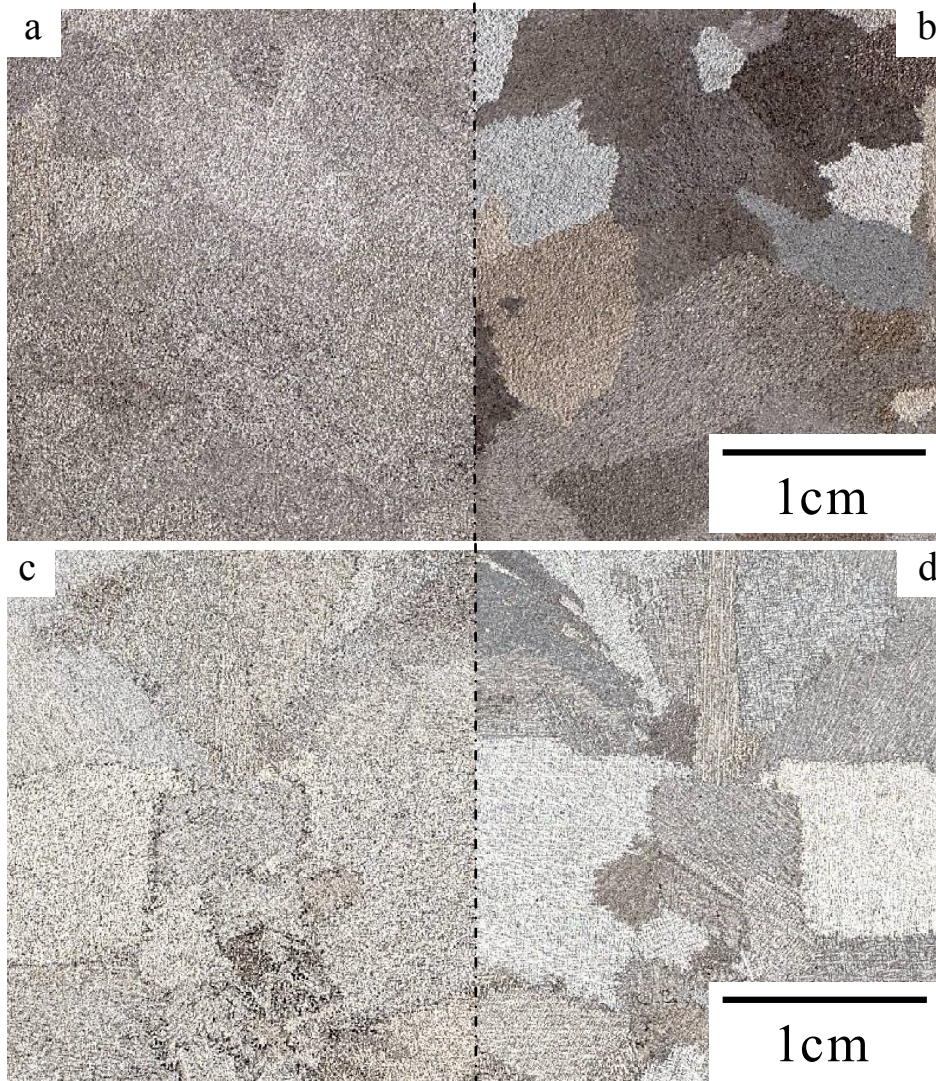
**Abbildung 215: Kriechprobe D11, 950°C, 45MPa, 208 h a) SE, Übersicht in Zugrichtung, b) RE, Poren, c) SE, Pore im Bereich maximaler Beanspruchung, d) RE senkrecht zur Zugrichtung**

Die Poren bilden Fehlstellen im Gefüge und können Bereiche der Rissinitiation bilden und somit den Werkstoff frühzeitig versagen lassen.



### 5.3.2.2 Gefügestabilität und thermische Ermüdung

Dieses Kapitel beschäftigt sich mit der thermischen Stabilität des Gefügaufbaus. Durch Korngrenzenätzung wird das Gefüge vor und nach einer Auslagerung verglichen und auf ausgeprägtes Kornwachstum hin untersucht. In Abbildung 216 können jeweils Gusszustand und die ausgelagerte Seite bezüglich Einfärbung der einzelnen Bereiche nicht absolut identisch sein, da das Material getrennt, ein Teil ausgelagert und anschließend beide Hälften geätzt werden. Unterschiedliche Färbungen der Proben für die Rückstandsanalyse ergeben sich hauptsächlich aus leicht unterschiedlichen Ätzzeiten.



**Abbildung 216: a) D11 Gusszustand, b) D11 Ausgelagert 400 h 1050°C, c) D47 Gusszustand, d) D47 Ausgelagert 400 h 1050°C**

Optisch ist zwischen a) und b) sowie zwischen c) und d) keine Kornvergrößerung erkennbar. Sowohl die dendritische Struktur als auch das Karbidnetzwerk werden nicht aufgelöst. Diese unaufgelösten Karbide verhindern das Kornwachstum. Je nach Lage der Probe im Gussstück sind kleinere und größere Körner zu finden. Die Korngrößen der jeweiligen Bereiche eines Bauteils können z.B. mittels Linienschnittverfahren nach Heyn oder einer geeigneten Software ausgewertet werden. Diese Methode der Korngrenzenätzung eröffnet neue Untersuchungsmöglichkeiten. Die Kornverteilung großflächiger Bereiche bzw. kompletter Bauteile wird sichtbar. Dies gibt wiederum Rückschlüsse auf das Erstarrungsverhalten bzw. auf die Bauteileigenschaften. Eine weitere Methode die Kornverteilung großflächig zu beobachten, bietet die Adler-Ätzung mit einer Ätzzeit je nach Stärke von 10-45 min bei Raumtemperatur (Abbildung 217). Neben den Körnern ist bei geringer Vergrößerung auch der



dendritische Aufbau zu erkennen. Bei einer hohen Ätzzeit (b) wird der komplette dendritische Bereich aufgelöst und es bleibt nur das Karbidnetzwerk als Gerüst erhalten.

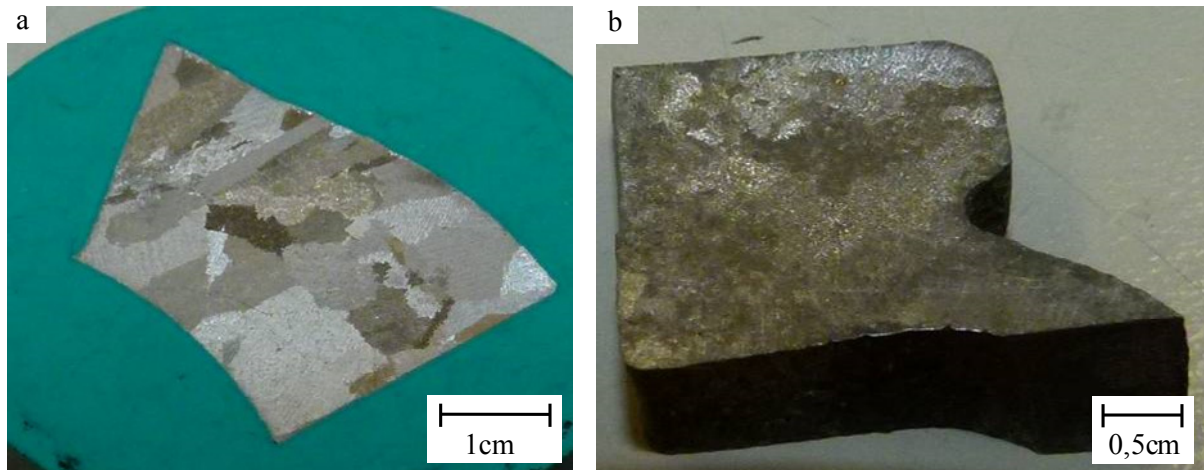


Abbildung 217: a) Körner, b) 2 h Ätzzeit

Abbildung 218 zeigt mittels des geätzten Schliffes den Unterschied zwischen Hell- und Dunkelfeld im Mikroskop. Dunkelfeld erlaubt eine deutlich bessere Differenzierung der vier abgebildeten Körner.

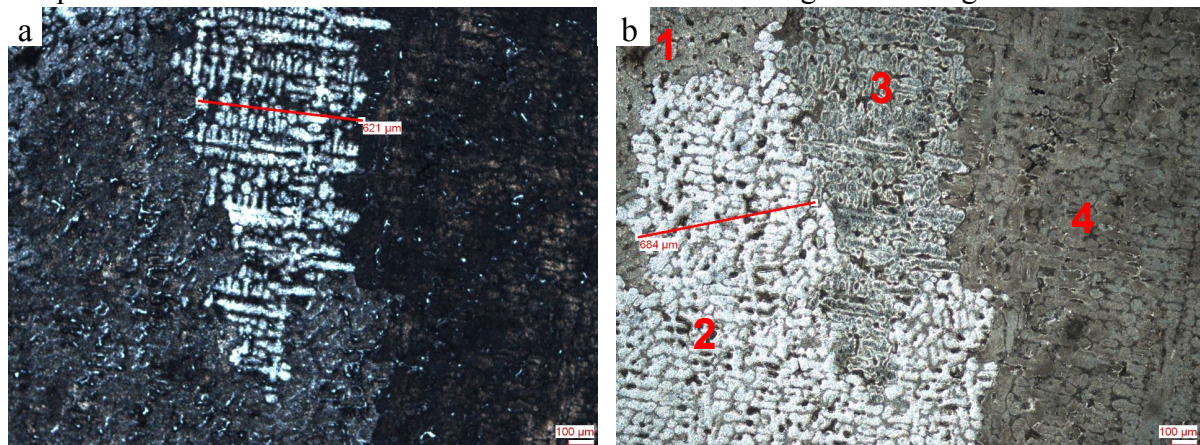


Abbildung 218: a) Hellfeld, b) Dunkelfeld

Auch die Kornstruktur eines Schnitts durch das komplette Bauteil lässt sich darstellen. Im markierten Bereich rechts in Abbildung 219 besteht der komplette Wandaufbau aus lediglich zwei Körnern. Eine durchlaufende Korngrenze in der Mitte der Gehäusewand ist sichtbar.

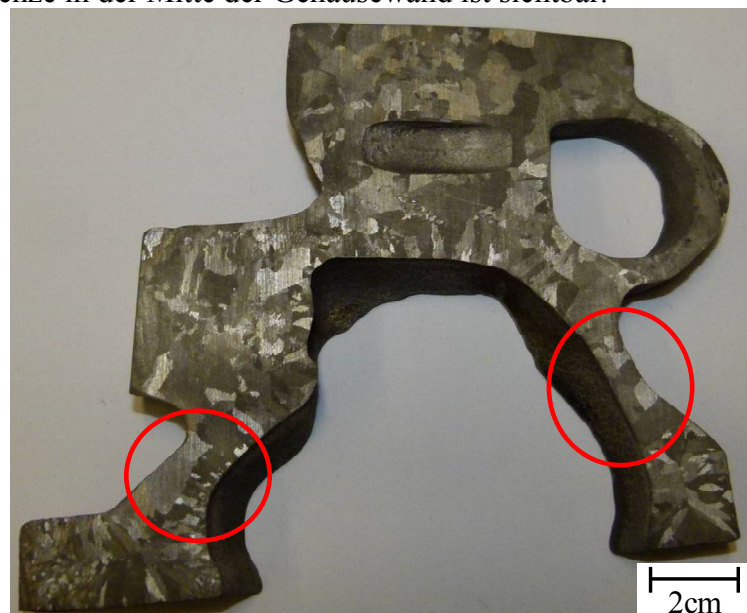


Abbildung 219: Körnerverteilung über das Bauteil

Die aus der Rückstandsanalyse gewonnenen Partikeln der 200 h bei 1050°C ausgelagerten Proben D11 und D47 werden nun vergleichend zum Gusszustand betrachtet.

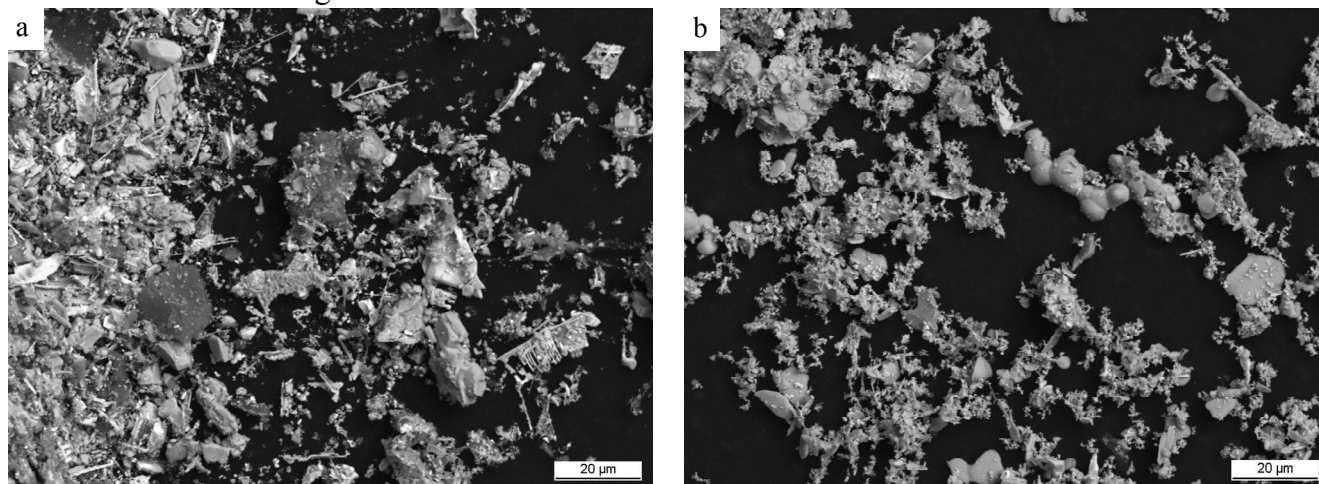
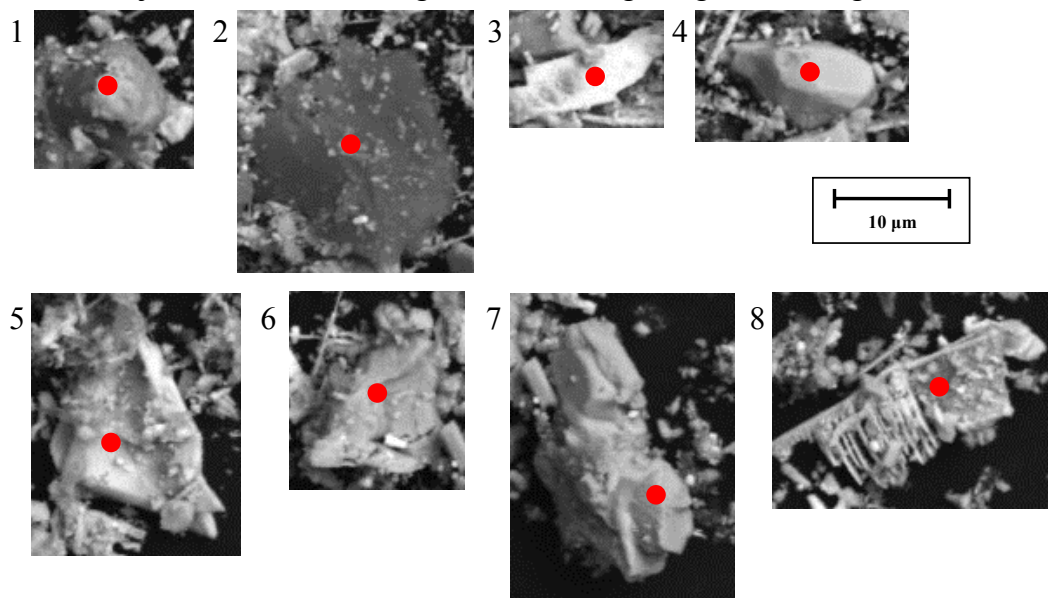


Abbildung 220: Rückstände der ausgelagerten Proben bei 1050°C, 200 h a) D11, b) D47

In Abbildung 221 ist eine Auswahl verschiedener Rückstände von D11 (ausgelagert) dargestellt. Im Vergleich zum Gusszustand D11 sind keine großen Unterschiede erkennbar. Es scheint, dass sich an bestimmten Partikeln jedoch Sauerstoff aufgrund der Auslagerung an Luft angereichert hat.



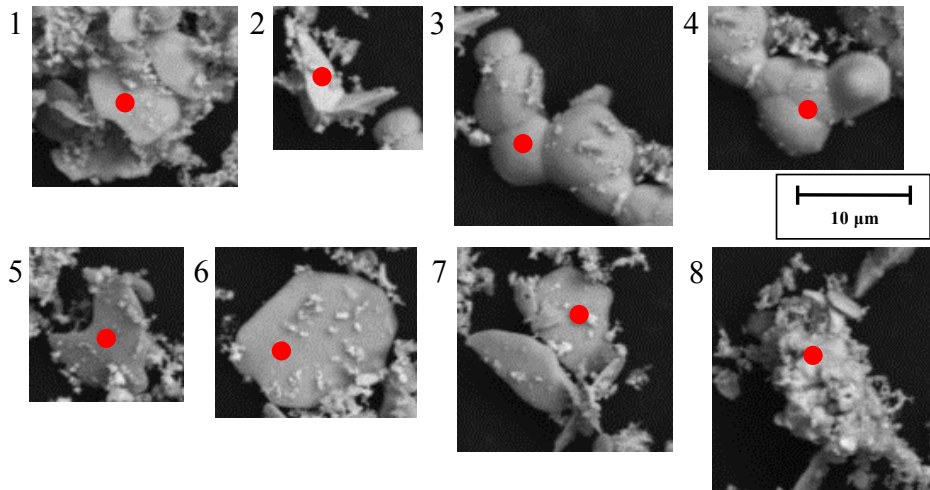
		Legierungselemente						
		C	O	Si	Cr	Fe	Ni	Nb
Partikel	1	12,4	-	0,8	68,1	14,3	3,9	-
	2	28,6	<b>40,7</b>	8,5	10,7	2,1	0,5	3,5
	3	17,5	2,5	0,4	11,9	1,5	0,4	65,8
	4	12,1	-	9,2	40,9	3,7	27,4	6,6
	5	10,6	2,9	0,5	10,1	1,2	-	74,6
	6	4,7	-	0,3	77,3	12,4	4,6	0,7
	7	7	-	-	73,8	15,5	3,7	-
	8	48,6	<b>9,6</b>	0,3	15,4	2,2	0,7	23,2

Abbildung 221: D11 ausgelagert 200 h 1050°C

Bei D47 (ausgelagert) ist eine Anreicherung von Sauerstoff jedoch nicht erkennbar (Abbildung 222). Allerdings können hier einige Partikel gefunden werden, die bis zu 12,7 Gew.-% Stickstoff enthalten.



Allgemein haben die Partikel eher eine rundliche Form im Vergleich zu den Teilchen von D11 in Abbildung 221.



		Legierungselemente								
		C	N	O	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb	W
Partikel	1	5,9	-	-	84	1	7,2	0,8	-	1
	2	13,6	-	-	61	-	16,8	1,8	-	6,8
	3	4,5	7,3	-	81,8	-	4,3	-	1,1	1,1
	4	4,6	12,7	-	76,3	-	3,9	-	1	1
	5	46,1	-	3,3	47,7	-	2,4	-	-	0,5
	6	6,9	11,5	-	74,6	-	4	-	1	1,4
	7	18,6	-	-	65,2	-	10,1	1	1,3	3,6
	8	12,1	-	-	61,3	-	17,4	1,7	0,8	6,7

Abbildung 222: D47 ausgelagert 200 h 1050°C

In beiden Werkstoffen wird eine Vielzahl verschiedenster Formen und Zusammensetzungen der Partikel sichtbar. Eine klare Gruppierung von Form und Aufbau kann an dieser Stelle nicht getroffen werden. Auch können keine deutlichen Unterschiede zwischen dem jeweiligen Gusszustand und den ausgelagerten Proben festgestellt werden. Eine Veränderung der Partikel bei der Auslagerung wird nicht deutlich ersichtlich.

Allgemein zeigen die Proben bei der Auslagerung bei 700°C und auch 1050°C eine Veränderung des interdendritischen Gefüges und einen Anstieg der eher punktförmigen Ausscheidungen im Gefüge, die besonders deutlich bei 700°C in Abbildung 223 b) zu sehen ist.

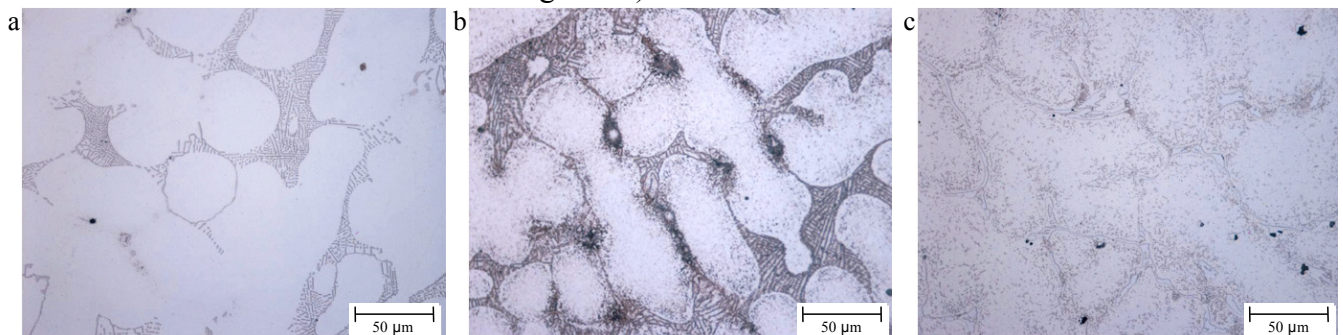


Abbildung 223: D11, a) Gusszustand, b) ausgelagert 100 h 700°C, c) ausgelagert 200 h 1050°C

Festigkeit und Dehnvermögen ändern sich nach der Auslagerung gemäß Tabelle 66. Insbesondere bei D11 ist bei der Auslagerung von 100 h bei 700°C ein Absinken der Gleichmaßdehnung von 10% auf 5% zu beobachten.

Tabelle 66: Zugversuche Auslagerung

	unbelastete Probe		Auslagerung 100 h bei 700°C		Auslagerung 200 h bei 1050°C	
	$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$A_g$ [%]	$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$A_g$ [%]	$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$A_g$ [%]
D11	479	10	518	5	449	7
D47	628	25	726	15	604	13

Die Zugfestigkeit steigt nach 100 h bei 700°C in Abbildung 224 an und sinkt nach 200 h bei 1050°C. Sowohl bei D11 und D47 sinkt die Dehnung, fällt jedoch in beiden Fällen nicht in einen kritischen Bereich ab.

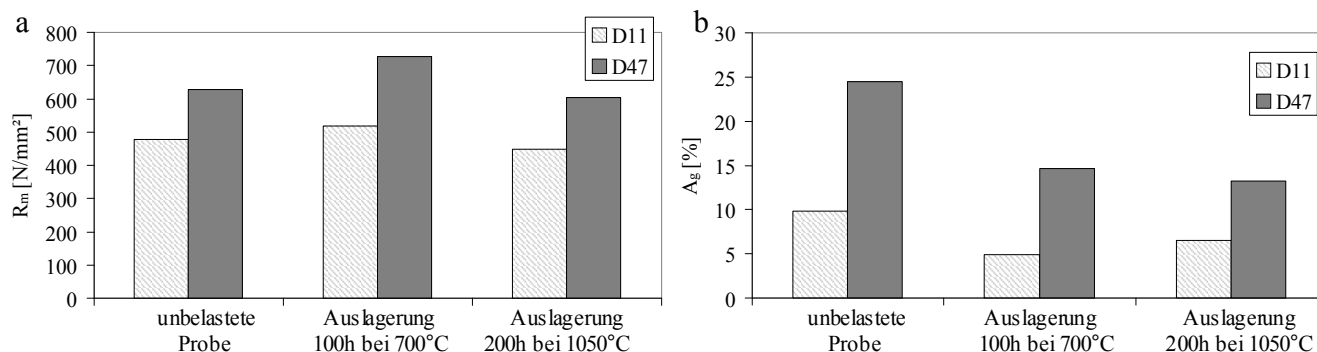


Abbildung 224: Auslagerung a) Zugfestigkeit, b) Dehnung

Die weitere wichtige Eigenschaft von Werkstoffen, die einer Temperaturbeanspruchung unterliegen, ist die thermische Ermüdung. Durch den Thermoschockprüfstand sind die Proben Temperaturzyklen ausgesetzt, wodurch Risse entstehen. Die Risslänge bei den Thermoschockversuchen hängt stark mit dem Ausdehnungskoeffizienten zusammen. Nach Ueta *et al.* [04] wird hauptsächlich ein steigender Ni-Gehalt für die Senkung der thermischen Ausdehnung und den steigenden Thermoschockwiderstand verantwortlich gemacht, was in diesen Versuchen jedoch nicht bestätigt werden kann. Die Ergebnisse hier zeigen vor allem einen Zusammenhang zwischen Matrixgefüge und Beständigkeit. Während Ferrite allgemein nur sehr wenige Risse zeigen, kann unter den Austeniten allgemein eine eher vergleichbare Rissausbreitung beobachtet werden, wobei bei D11 und D47 die besten Resultate erzielt werden. Eine komplette Abbildung der Proben von D11 und D47 nach insgesamt 420 Zyklen ist in Abbildung 225 dargestellt.

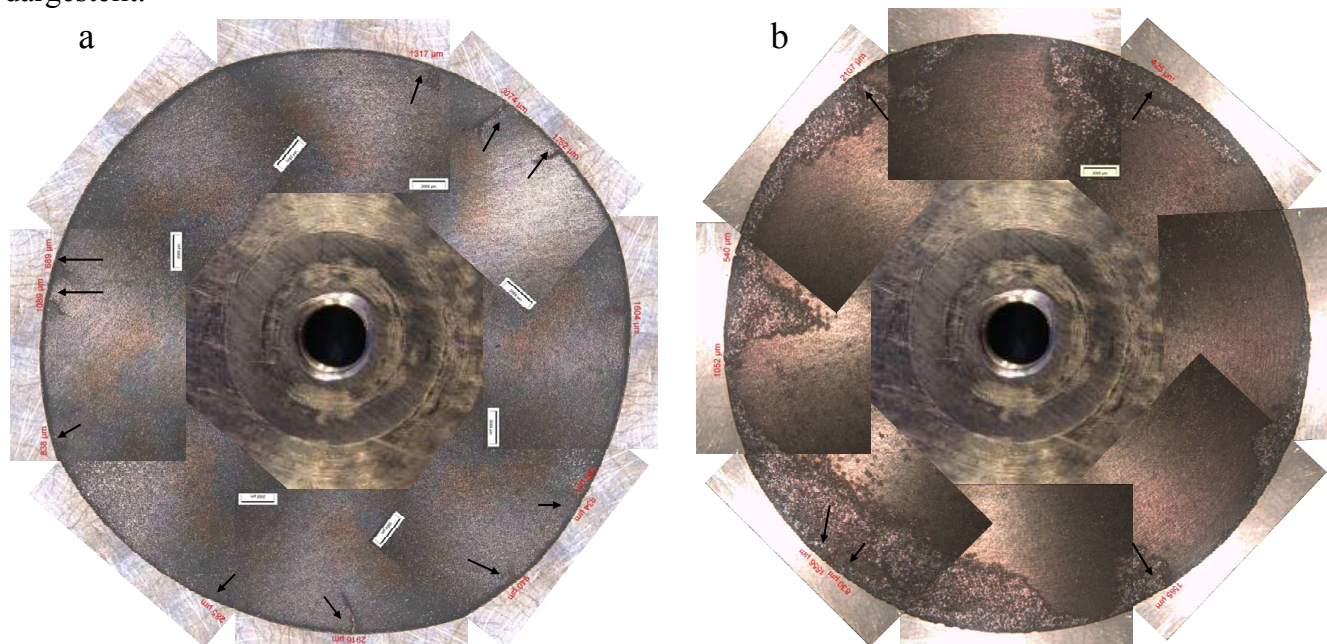


Abbildung 225: Risse nach 420 Zyklen a) D11, b) D47

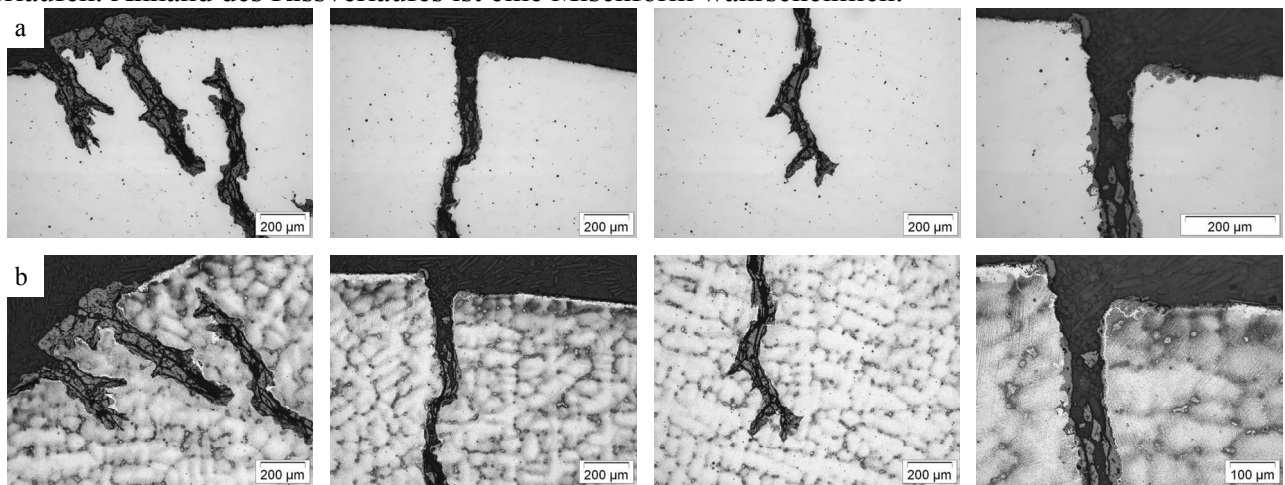


Tabelle 67 gibt den Durchschnitt bezüglich Rissen aus je drei Proben. Die Anzahl der Risse, die Risslänge gesamt und der längste Riss werden betrachtet.

**Tabelle 67: Ergebnis thermische Ermüdung**

	<b>D11</b>	<b>D47</b>
Anzahl Risse	12	7
Risslänge gesamt	15,7 mm	8,2 mm
längster Riss	3,1 mm	2,1 mm

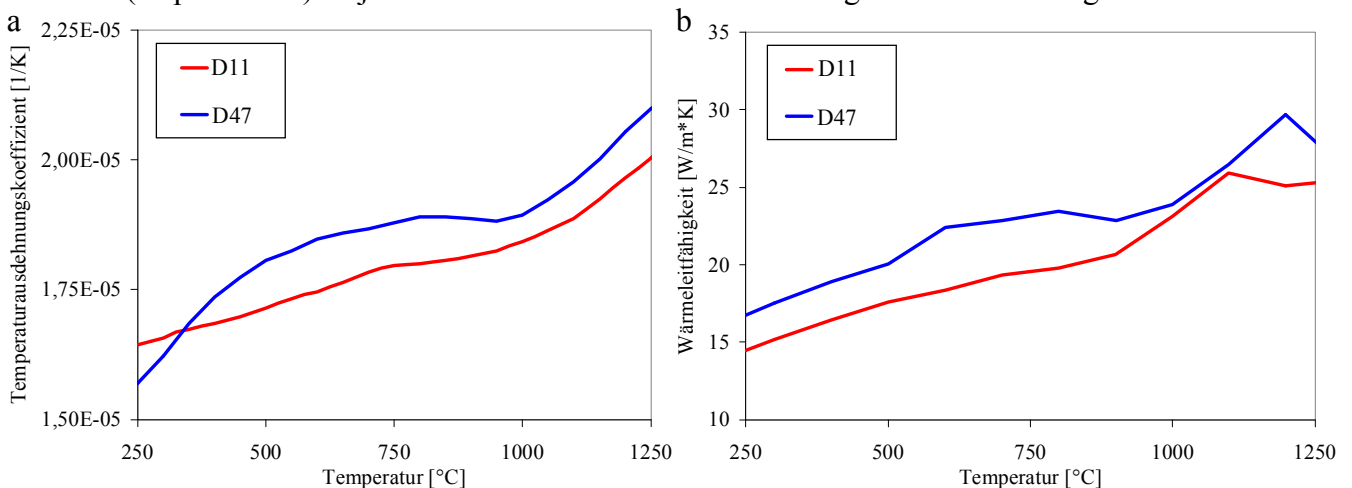
D47 hat eine gering höhere Beständigkeit gegen thermische Ermüdung, was aus einer höheren Zugfestigkeit ( $R_m$ ) und einer niedrigeren Kriechrate ( $\dot{\epsilon}$ ) zu schließen ist. Der E-Modul von D11 und D47 ist fast identisch. Jedoch ergibt sich ein anderes Bild der Oberflächen. D47 verliert allmählich den metallischen Glanz. Dieses Verhalten wird im nächsten Kapitel näher betrachtet. Abbildung 226 zeigt Schliffe der Risse in den Scheibenproben D47. Sowohl mit ungeätzten als auch mit geätzten Schliffen ist es durch die Oxidation nicht möglich, genau zu bewerten, ob die Risse trans- oder interkristallin verlaufen. Anhand des Rissverlaufes ist eine Mischform wahrscheinlich.



**Abbildung 226: Riss in Scheibenprobe D47, a) ungeätzt, b) geätzt Adler**

Bei den Untersuchungen ist jedoch auch zu berücksichtigen, dass sich Zirkonoxid-Kugeln in den Tiegeln befinden. Dieser spezielle Versuchsaufbau beeinflusst das Oxidationsverhalten und vermutlich auch das Rissverhalten. Somit spiegelt dies nicht in allen Belangen die Einflussgrößen einer realen Anwendung wieder, die Werkstoffe sind aber im Vergleich zueinander bewertbar.

Der Ausdehnungskoeffizient und die thermische Wärmeleitfähigkeit (Abbildung 227) sind weitere Einflussfaktoren. Ein niedrigeres  $\alpha$  bei D11 und ein höheres  $\lambda$  bei D47 verbessern jeweils die Beständigkeit gegen Thermoermüdung. In der Bestimmung des Ausdehnungskoeffizienten nach Formel 8 (Kapitel 3.1.2) ist jedoch weder bei D11 noch D47 eine gute Überstimmung zu finden.



**Abbildung 227: D11, D47 a) Temperatúrausdehnungskoeffizient b) Wärmeleitfähigkeit**

Betrachtet man die Beständigkeit gegenüber Thermoermüdung, so hat D47 im Vergleich zu D11 einen geringfügig schlechteren Temperatúrausdehnungskoeffizienten, aber eine leicht bessere Wärmeleitfähigkeit. Diese gegenläufigen Tendenzen können sich hier ausgleichen und zu dem beobachteten vergleichbaren Ergebnis führen.

Werden die einzelnen Elemente des Wärmespannungsindex in Formel 22 (Kapitel 3.2) betrachtet, ergibt sich für D11 und D47 ein ähnliches Ergebnis. Gefüge und Karbidnetzwerke resultieren in einer ähnlichen Kriechbeständigkeit. Ausdehnungsverhalten und Wärmeleitfähigkeit gleichen sich in etwa aus. Beide Werkstoffe sind temperaturstabil. Der E-Modul und die Dehnungen sind vergleichbar. Bei der Zugfestigkeit zeigt D47 ein besseres Verhalten. Auch die gute Oxidationsbeständigkeit ergibt ein entsprechendes Bild, was im nächsten Kapitel näher betrachtet wird.

### 5.3.2.3 Oxidationsverhalten

Zusätzlich zu den in Kapitel 5.2 bereits gezeigten Auswertungen, fasst dieses Kapitel die Oxidationsversuche bzw. Ergebnisse von D11 und D47 zusammen. Um das Verhalten zu bewerten, werden Proben im Ofen bei definierten Temperaturen an Luft ausgelagert und anschließend die Oberflächen und Schliffe betrachtet. Die abgefallenen Oxidationsprodukte werden mittels EDX ausgewertet. Durch Wiegen vor und nach der Auslagerung kann die Gewichtsabnahme bestimmt werden. Mittels Thermogravimetrie wird der Gewichtsverlust bzw. die Zunahme durch Aufwachsen von Oxidschichten genau ermittelt. Abbildung 228 zeigt die Auslagerungen bei 1050°C nach 100, 200 und 300 Stunden. Bei beiden Legierungen sind keine Gefügeveränderungen in der Matrix zu beobachten. Die Oberflächen nehmen mit der Zeit an Rauheit zu.

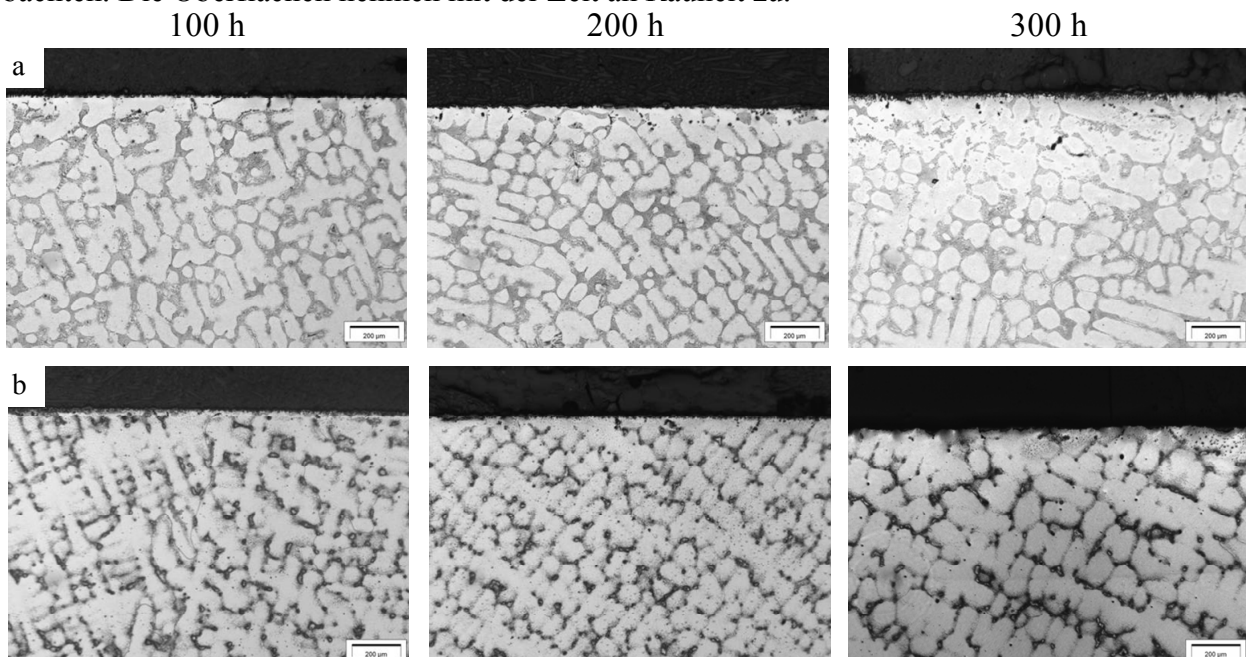


Abbildung 228: Schliffe Auslagerung a) D11, b) D47

In Tabelle 68 sind die prozentualen Gewichtsänderungen dargestellt.

Tabelle 68: Gewichtänderung der Zugproben bei Auslagerung 1050°C

Legierung	Stunden [h]	Gewichtsänderung [%]
D11	100	-0,39
	200	0,01
	300	0,06
D47	100	0,03
	200	0,04
	300	-0,44

Bei diesen geringen Gewichtsveränderungen kann keine klare Aussage bezüglich der Oxidationsbeständigkeit mittels Wiegen getroffen werden. Da Partikel von den Proben abplatzen, ist eine genaue Messung nicht möglich. Wie bereits in Abbildung 18 (Kapitel 3.1.2) zu sehen war, wirken Ni und Cr kombiniert auf das Oxidationsverhalten. Somit befinden sich beide Werkstoffe im Bereich der leichten Korrosion am Übergang zur mittleren Korrosion. Die Oxidationsschichten von D11, die nach 200 h entstehen, sind in Abbildung 229 dargestellt.

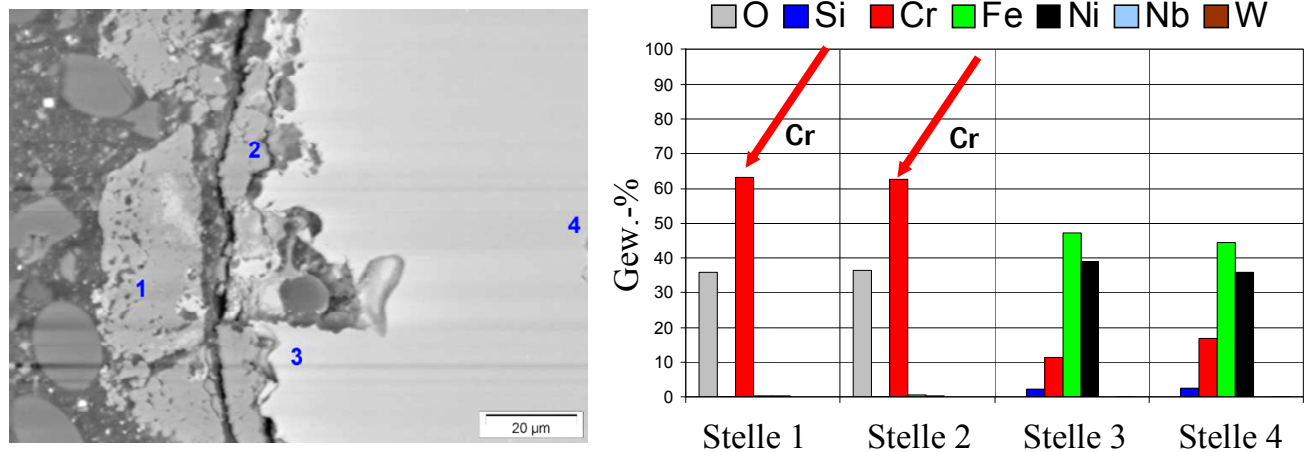


Abbildung 229: Oxidationsschichten D11

Bei diesem Werkstoff sind zwei chromreiche Schichten auf der Probenoberfläche zu erkennen. Die genaue Zusammensetzung dieser Schichte ist in Tabelle 69 dargestellt.

Tabelle 69: Elementanalyse Oxidationsschichten D11

Gew.-%	O	Si	Cr	Fe	Ni	Nb	W
Stelle 1	36,0	0,2	63,1	0,4	0,3	-	-
Stelle 2	36,3	0,2	62,5	0,7	0,3	-	-
Stelle 3	-	2,3	11,3	47,2	39,1	-	0,2
Stelle 4	-	2,5	16,9	44,5	36,0	-	0,1

Im Gegensatz dazu lassen sich bei D47 in Abbildung 230 und Abbildung 231 zwei unterschiedliche äußere Schichten erkennen. Die äußerste Schicht ist eisenreich, die darunter liegende chromreich.

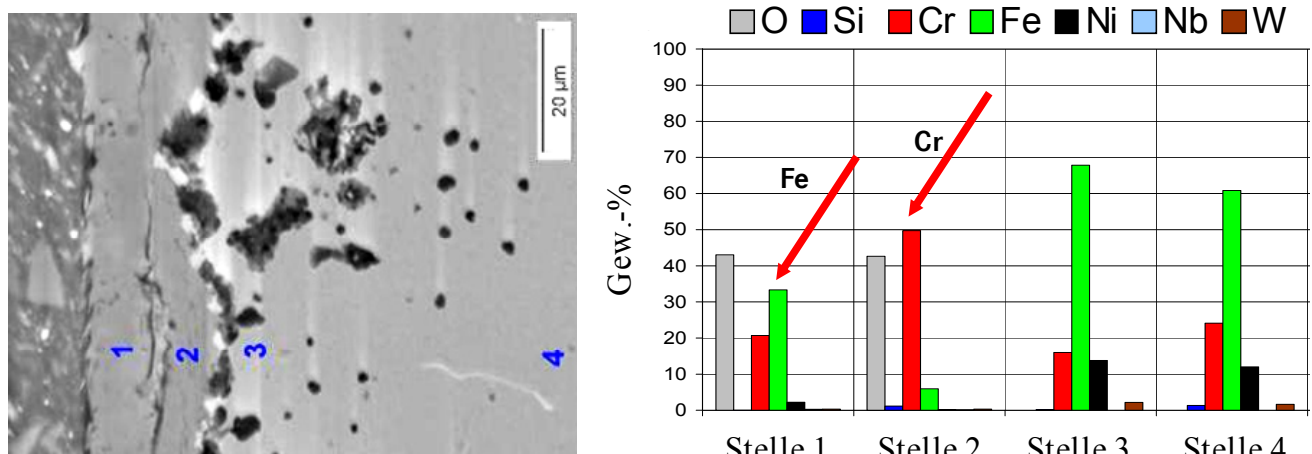


Abbildung 230: Oxidationsschichten D47

Tabelle 70: Elementanalyse Oxidationsschichten D47

Gew.-%	O	Si	Cr	Fe	Ni	Nb	W
Stelle 1	43,1	0,0	20,7	33,3	2,2	0,3	0,3
Stelle 2	42,6	1,1	49,7	5,9	0,1	0,1	0,3
Stelle 3	-	0,2	16,0	67,8	13,8	-	2,2
Stelle 4	-	1,4	24,1	60,9	12,0	-	1,7

Zur Absicherung dieser Erkenntnis wird eine zweite Probe nach der Auslagerung in Abbildung 231 untersucht. Die Ergebnisse können damit bestätigt werden.

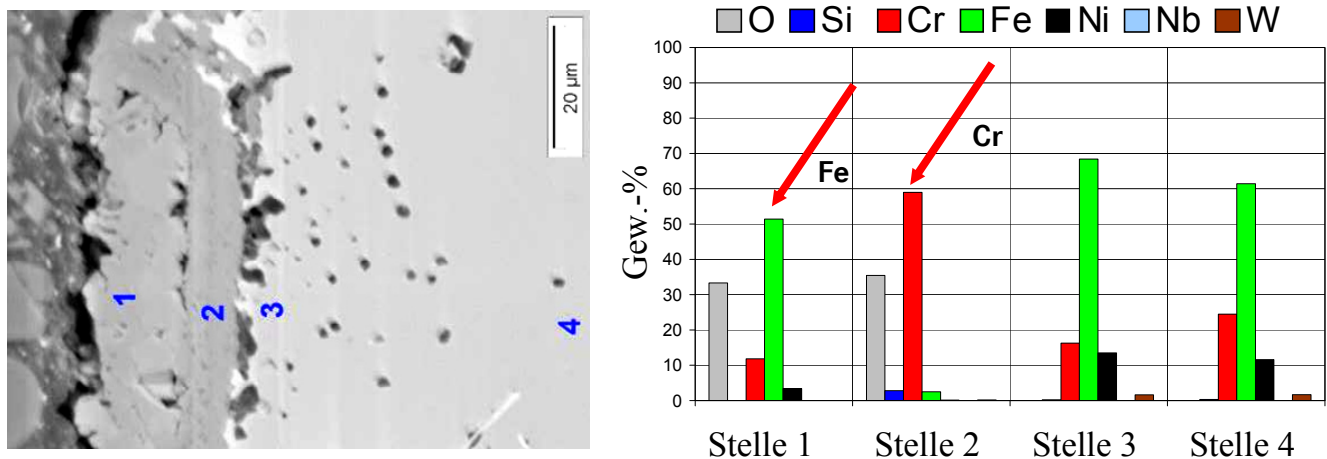


Abbildung 231: Oxidationsschichten D47

In Abbildung 232 ist bei D11 deutlich die Bildung von Si-reichen Bereichen bzw. Auswüchsen unterhalb der äußeren Deckschichten zu erkennen. Bei D47 ist dies mit seinem wesentlich geringeren Si-Gehalt nicht der Fall.

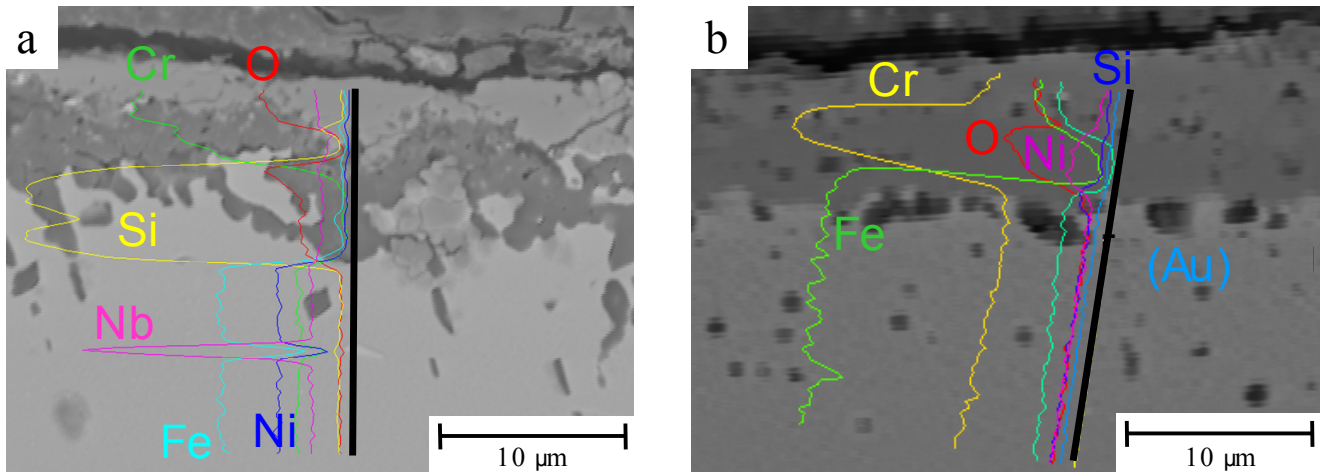
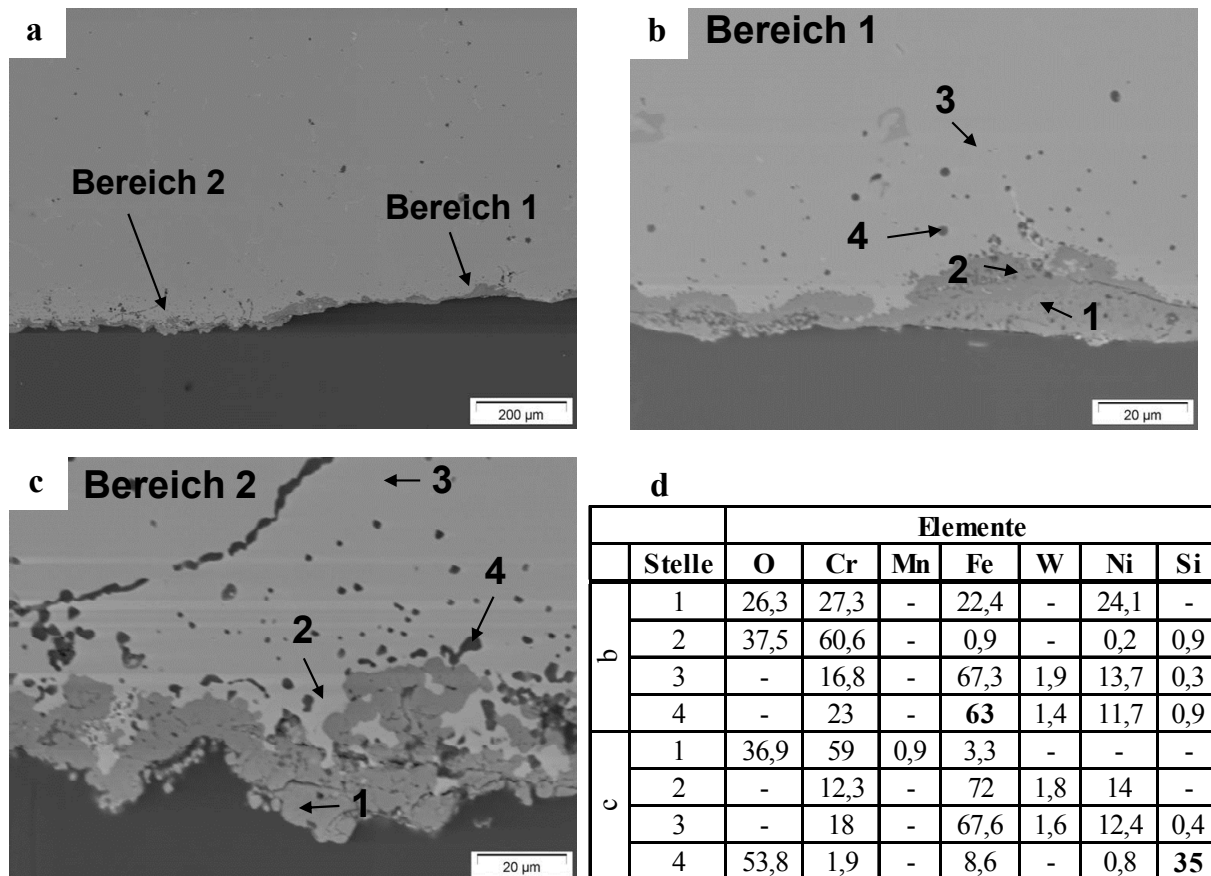


Abbildung 232: EDX Linienanalyse a) D11, b) D47

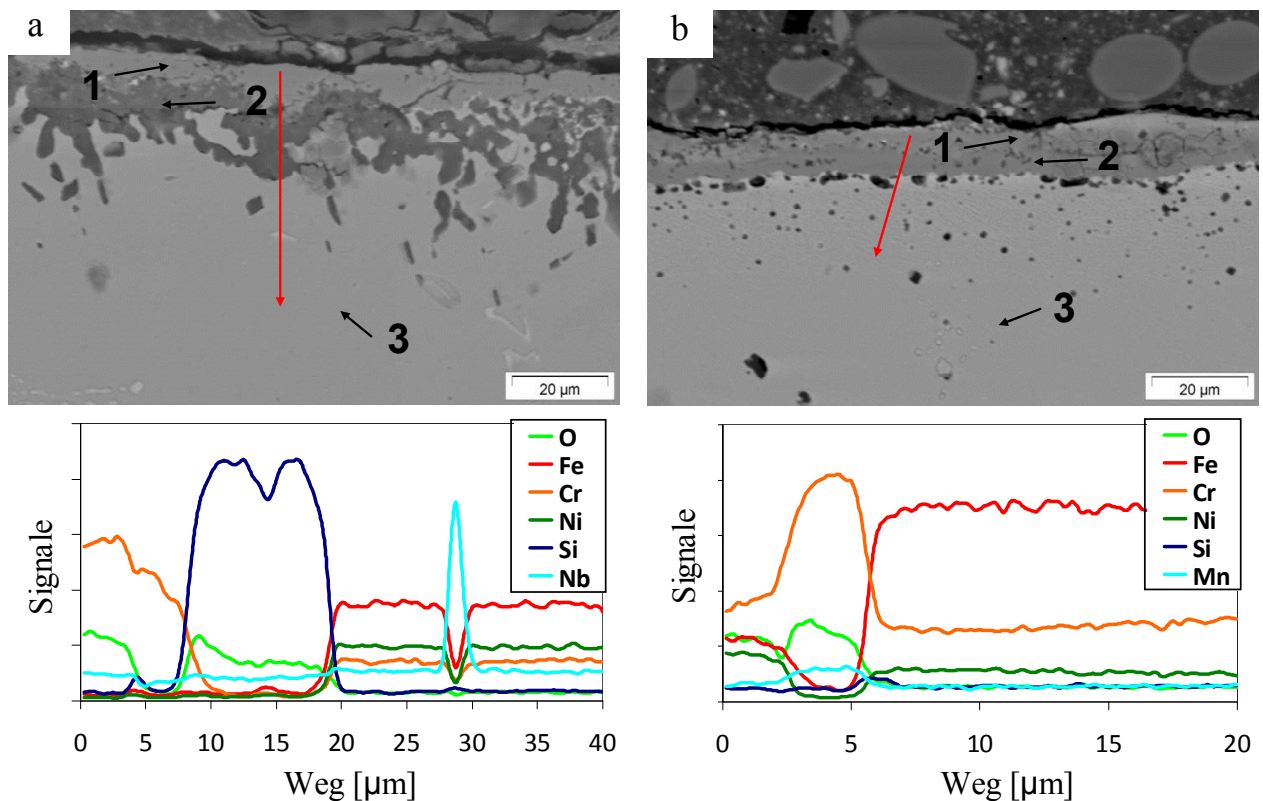
Bei der Auslagerung von 200 h im Ofen bei 1050°C lassen sich bei D47 in Abbildung 233 sehr unregelmäßige Bereiche in den Oxidschichten finden. In Bereich 1 (b) besitzt die Probe eine glänzende Oberfläche. Ein großer Anteil an Nickel kann hier in der äußersten Schicht gemessen werden, die aus (CrFeNi)O besteht. Im eher matt erscheinenden Bereich 2 (c) ist die äußerste Schicht unregelmäßig und deutlich dicker ausgeprägt. Diese Schichten bestehen hauptsächlich aus Chromoxid. Darunter sind rundliche Ausscheidungen aus Siliziumoxid (Stelle 4 in c) zu finden; jedoch wesentlich kleiner als bei D11. Diese sind in Bereich 1 nicht vorhanden.





**Abbildung 233: REM der Oxidationsschicht, D47**

Ein ähnliches Bild ist bei D11 nach einer Auslagerung von 400 h in Abbildung 234 zu sehen. Die äußerste Schicht bei D11 ist chromreich, die zweite sehr siliziumreiche Schicht ist unregelmäßig und wächst in die Matrix, während das nachfolgende Gefüge an Chrom verarmt.



**Abbildung 234: Schliffe und Linienanalyse Auslagerung 400 h bei 1050°C, a) D11, b) D47**

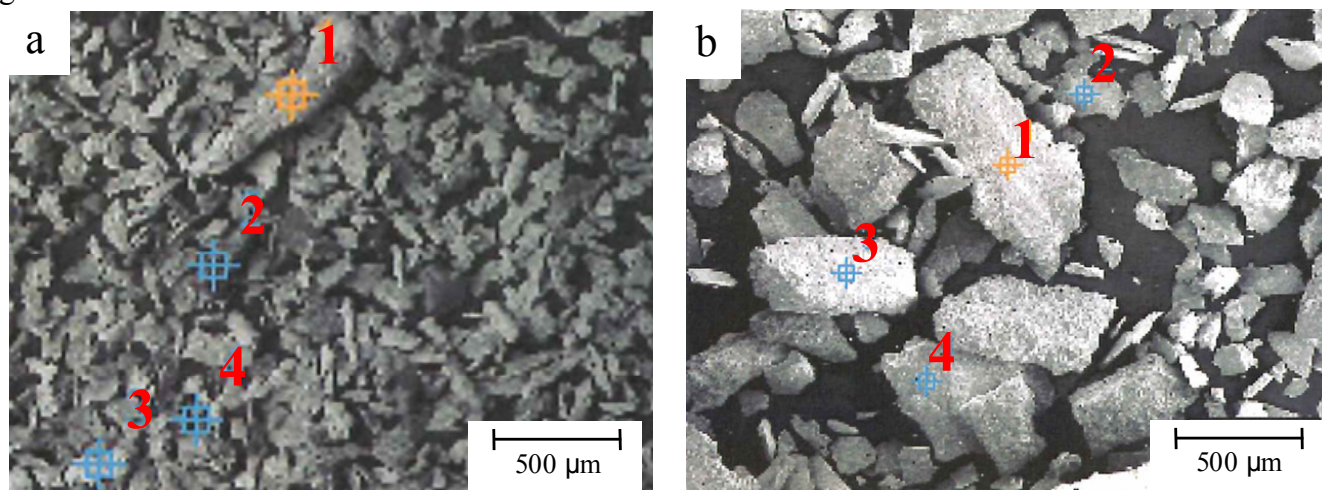
Bei D47 (b) gibt es zwei gleichmäßige Schichten auf der Oberfläche. Die äußerste ist eine (CrFeNi)O-Schicht, in der zwischen 10 und 20 Gew.-% Chrom zu finden ist. An der Grenze zwischen Matrix und Luft ist hauptsächlich Chromoxid. Die Matrix selbst ist chromverarmt. In Tabelle 71 ist wiederum die EDX-Analyse der Schichten dargestellt.

**Tabelle 71: Elementanalyse Oxidationsschichten 400 h, 1050°C**

		Elemente						
	Stelle	O	Cr	Mn	Fe	W	Ni	Si
D11	1	41,4	<b>56,4</b>	0,6	1,4	-	0,2	-
	2	51,6	2,6	0,3	5,6	-	3,7	<b>36,1</b>
	3	-	14,1	-	46,4	-	38,5	1
D47	1	37,3	21,2	0,5	20,2	0,9	20,3	0,4
	2	36	<b>58,3</b>	0,6	4,3	0,7	0,5	0,2
	3	-	18,4	0,2	65	1,4	12,2	1,1

Die direkte Grenzfläche zwischen Matrix und Oxidschicht zeigt bei D11 wieder den Silizium-Anstieg. Die wurmförmigen Ausbildungen im Gefüge erweisen sich, wie bereits in der Literatur beschrieben, hauptsächlich als Siliziumoxid. Außerdem ist eine erhöhte Mangan-Konzentration in den Oxidschichten sowohl bei D11 als auch bei D47 erkennbar.

Die Untersuchung der Abplatzungen in Abbildung 235 ergeben, dass bei D47 im Vergleich eher größere Partikel entstehen.



**Abbildung 235: Abplatzungen Zugproben a) D11, b) D47**

Auch kann kein Kohlenstoff in den Partikeln von D47 mittels EDX gefunden werden. Alle Partikelarten bestehen hauptsächlich aus (FeNiCr)O.

**Tabelle 72: Elementanalysen Partikel in Gew.-%**

Werkstoff	Stelle	C	O	Al	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb	W
D11	1	1,1	21,9	-	-	60,3	-	16,7	-	-	-
	2	2,4	26,1	64,8	0,8	5,9	-	-	-	-	-
	3	-	8,8	-	-	47,2	11,7	16,5	15,2	-	-
	4	1,2	19,8	-	8,5	65,1	-	1,9	1,3	<b>1,8</b>	-
D47	1	-	15,4	0,3	-	39,2	-	43,6	1,6	-	-
	2	-	17,8	-	-	43,3	-	25,4	5,8	-	<b>7,6</b>
	3	-	19,2	-	-	1,7	5,5	57,6	15,9	-	-
	4	-	10,8	-	-	39,9	1,8	37,8	9,7	-	-

In der folgenden Abbildung werden die Blöcke für die Kornstrukturätzungen mit Schliffen und Zugversuchsproben verglichen. Bei der Auslagerung der Blöcke entstehen keine Abplatzungen. Auch bei den Zugproben ist lediglich feiner Staub in den Tieglern zu erkennen (Abbildung 236).



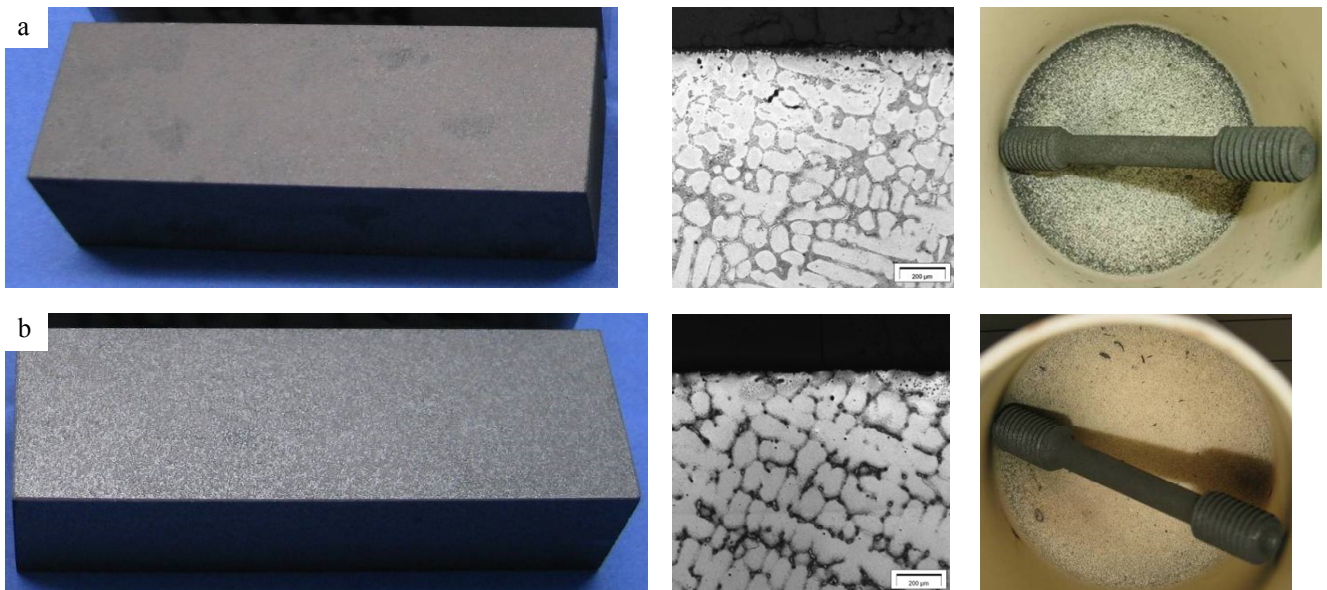


Abbildung 236: a) D11, b) D47

Die Bewertung der Oxidationsbeständigkeit in Tabelle 73 in Kombination mit der Messung der Gewichtsveränderungen an den Zugproben zeigt bei D11 und D47 vergleichbar gute Ergebnisse.

Tabelle 73: Bewertung Oxidationsbeständigkeit

Legierung	optische Begutachtung				Gewicht		gesamt
	Partikelmenge	Partikelgrösse	Oberfläche Zugprobe	gesamt	Delta (%)	Bewertung ( $<0,2\%$ )	
D11	+	++	+	+	0,12	++	+
D47	++	++	++	++	0,12	++	++

Bei Gewichtsmessungen ergibt sich die Problematik, dass Anhaftungen an den Oxidationsproben die Ergebnisse verfälschen. Eine mögliche Lösung hierfür wäre eine Differenzwägung nach einem chemischen Abbeizen der kompletten Oxidschicht. Dies wurde jedoch verworfen, da hierbei auch die Schichten, die als Barriere gegen einen weiteren Oxidationsangriff wirken, abgelöst werden.

Weiterhin kann die Oxidationsbeständigkeit an Blättchen mit einer ebenen Oberfläche untersucht werden. Hier sind weniger Abplatzungen als bei gewölbten Oberflächen zu erwarten, wo große Spannungen entstehen. Abbildung 237 zeigt die Blättchen D11 (a), und D47 (b). Bei D47 ist eine höhere Anzahl an hellen Flecken zu erkennen.

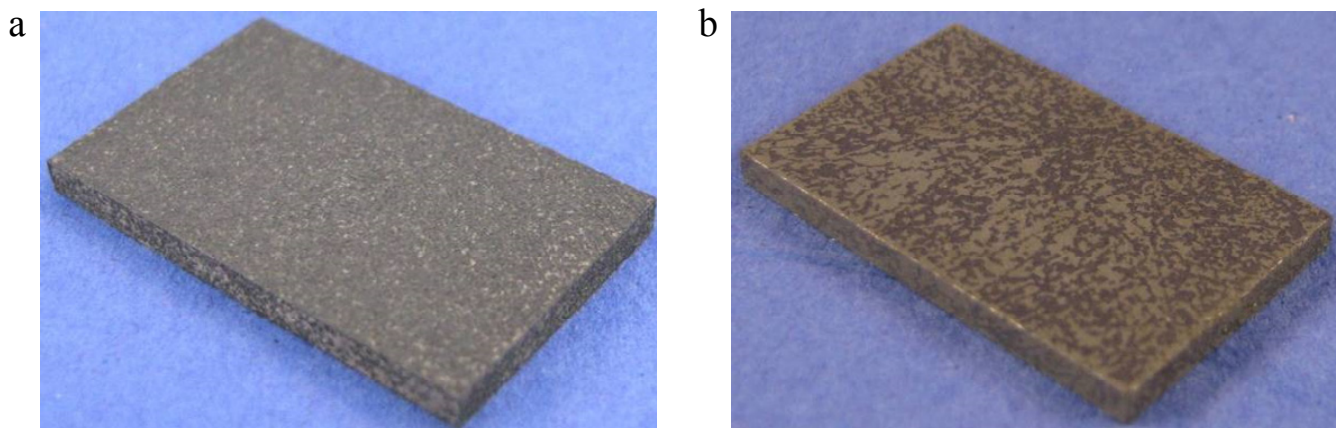
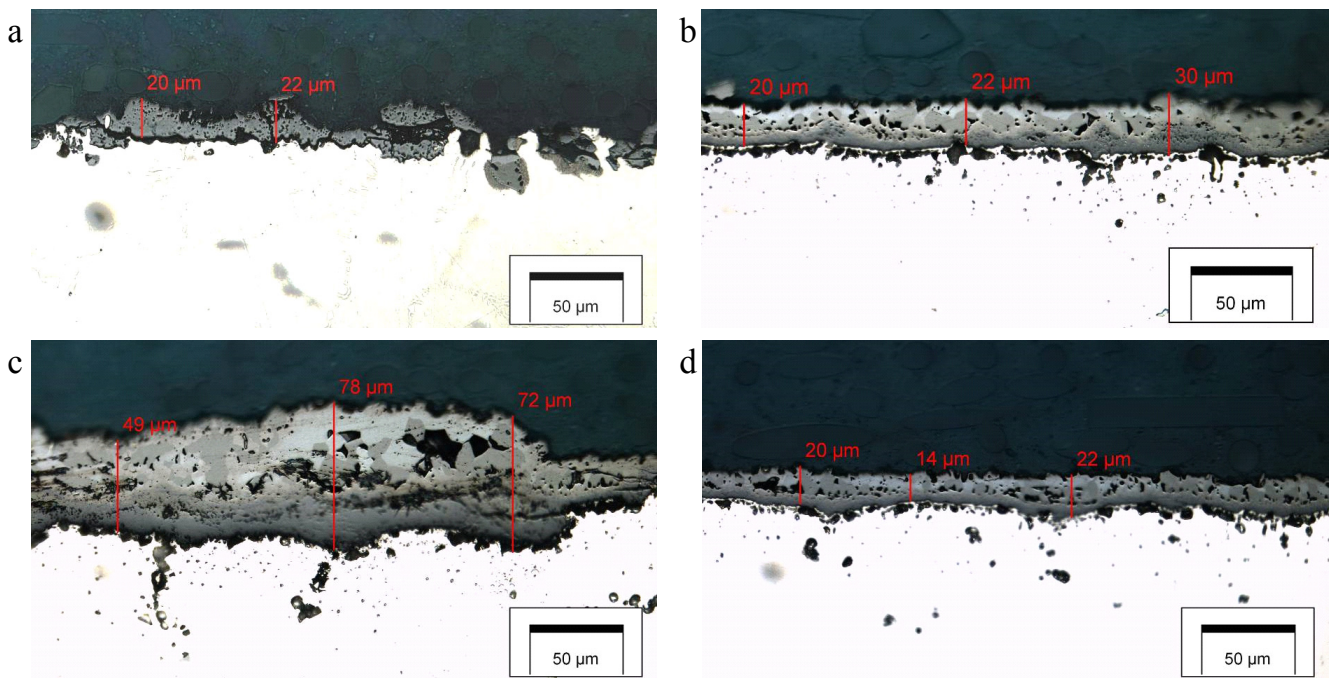


Abbildung 237: Übersicht Blättchen a) D11, b) D47

Zur besseren Vergleichbarkeit sind hier die Vergrößerungen der Oxidschichten zusätzlich zu D11 und D47 auch die Werkstoffe D42 und D43 in Abbildung 238 b) und c) dargestellt.

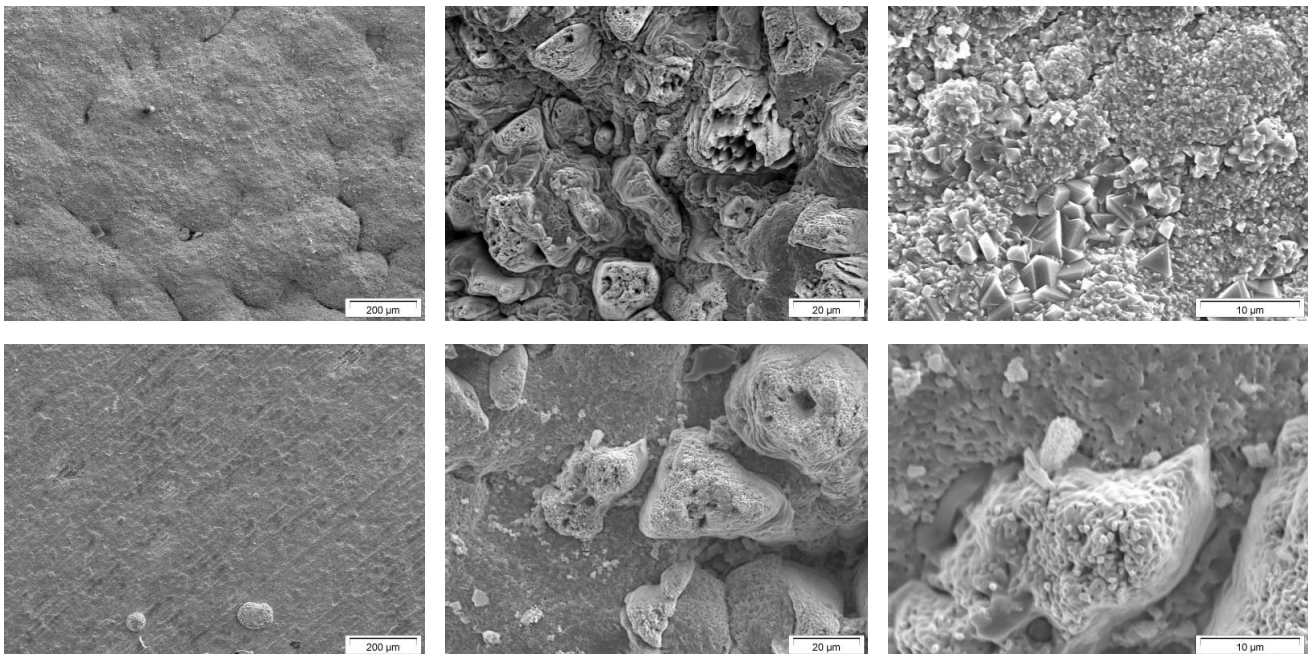




**Abbildung 238: Schichtdicke a) D11, b) D42, c) D43, d) D47**

Die Oxidationsschicht bei D11 in a) ist schlecht erhalten. Der Oxidationsangriff bringt eine Hohlraumbildung mit sich, die stellenweise bis zu ca. 50 µm ins Basismaterial eindringt. Dies lässt auf eine im Vergleich zu b) schlechtere Oberflächenhaftung schließen. Bei D42 in b) ergibt sich ein gleichmäßiger Oxidationsangriff mit einem mehrschichtigen Aufbau und eingeschlossenen Si-reichen Bereichen, die bis ca. 50 µm ins Basismaterial reichen. Bereits hier lässt sich der positive Trend der Steigerung der Oxidationsbeständigkeit erkennen, da D47 auf D42 aufbaut. In c) sind wesentlich dickere und auch unregelmäßige Oxidationsschichten mit bis zu 100 µm Durchmesser zu finden. In d) wiederum ist eine gut erhaltene und relativ homogene dünne Schicht entstanden. Wieder bilden sich Si-reiche Partikel sowohl in den Schichten als auch im Basismaterial.

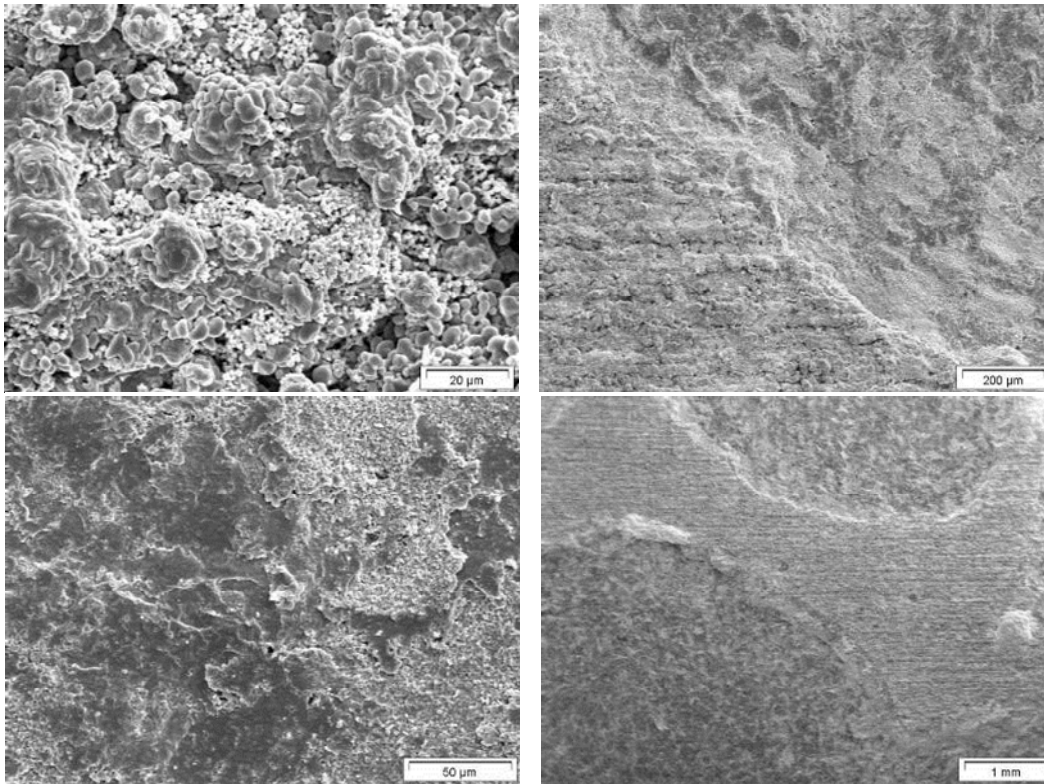
Die Oberfläche der Oxidationsprodukte des Würfels D11 ist in Abbildung 239 dargestellt und weist sehr unterschiedliche Strukturen auf. Je nach Form können matte und metallisch glänzende Bereiche auf den Proben dominieren.



**Abbildung 239: Oxidation auf dem Würfel D11**

Auch D47 weist in Abbildung 240 schichtförmig gewachsene Strukturen auf der Oberfläche auf.

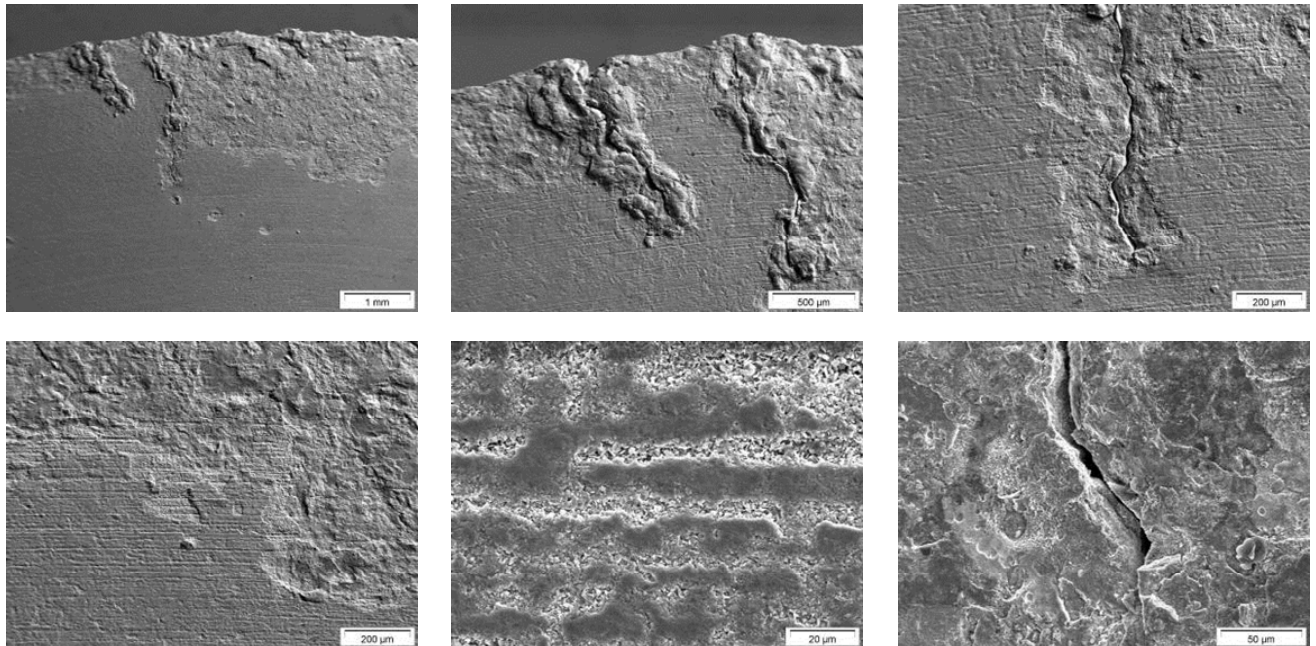




**Abbildung 240: Oxidation auf dem Würfel D47**

Beide Werkstoffe bilden unterschiedliche und unregelmäßige knollenförmige Oxidationsschichten auf der Probenoberfläche.

Auffällig erscheint auch die Oxidation entlang des Risses der Scheibenproben bei D47. Hier erkennt man außerdem eine selektive Oxidation in den Kerben (Abbildung 241). Mögliche Gründe für unerklärliche und stark schwankende Oxidationserscheinungen sind insbesondere Verschmutzungen, die hitzespeichernden Kugeln im Ofen und Bearbeitungsriefen auf der Oberfläche.



**Abbildung 241: Oxidation Scheibenprobe D47**

Durch die große Anzahl verschiedenster Einflussfaktoren auf das Oxidationsverhalten ist eine genaue Bewertung äußerst schwierig. Es hat sich erwiesen, dass sowohl eine äußere eisenreiche Schicht mit hohem Chromanteil als auch eine äußere chromreiche Schicht mit niedrigem Eisenanteil im Oxidationsverhalten positiv zu bewerten sind. Teilweise ergeben sich auch widersprüchliche Ergebnisse

zwischen den unterschiedlichen Untersuchungen, die vor allem im Aufbau der Versuche zu liegen scheinen. Es hat sich jedoch herausgestellt, dass unerwartete einmalig auftretende Ergebnisse sogar in der Positionierung der Proben in den Öfen begründet sein können. In der Zusammenfassung sind D11 und D47 allgemein in ihrem Oxidationsverhalten als vergleichbar widerstandsfähig zu betrachten.

## 5.4 Bauteile unter Einsatzbedingungen

Nachdem anhand von Schliffen, Zug-, Oxidationsproben usw. die relevanten Werkstoffeigenschaften der Legierungssysteme identifiziert und bestimmt wurden, ist es nötig, komplette Bauteile zu prüfen und im Detail zu untersuchen. Zunächst wird der Einfluss der Gießtechnik auf die Qualität der Prototypen erläutert. Anschließend wird das Verhalten der Bauteile unter Einsatzbedingungen hinsichtlich deren Riss- und Oxidationsverhalten näher betrachtet. Anhand von Prüfläufen auf dem Heißgas- und Motorprüfstand wird somit sowohl die Eignung eines Werkstoffes untersucht als auch wiederum der Einfluss verschiedener Legierungselemente bestimmt und verifiziert.

### 5.4.1 Einfluss Gießtechnik

Neben Oberflächenfehlern, die nicht zum Ausfall eines Bauteils führen, gibt es weitere Defekte, welche die Funktion des Bauteils negativ beeinflussen. Hier lässt sich zwischen Gussfehlern, die aus Prozessstörungen oder falscher Anschnitt- und Speisungstechnik resultieren und Gussfehlern, die auf dem jeweiligen Werkstoff selbst beruhen, unterscheiden. Alle beeinträchtigen die Bauteilqualität. Im Folgenden werden Probleme beschrieben, die bei den Versuchen speziell mit dem Werkstoff D47 aufgetreten sind. Lösungsansätze werden vorgestellt.

Schlacke in der Schmelze bzw. in der Gießdüse führt zu großflächigen runden Vertiefungen auf dem Bauteil, wenn beim Entfernen des Restsand es auch die Schlackerückstände abfallen. Neben einem effektiven Abschlacken hat sich herausgestellt, dass besonders eine beheizbare Gießdüse diesen Fehler verhindert, da keine Anhaftungen am Steigrohr auftreten und ins Kernpaket gespült werden können (Abbildung 242).



Abbildung 242: Schlackefehler, beheizbare Gießdüse

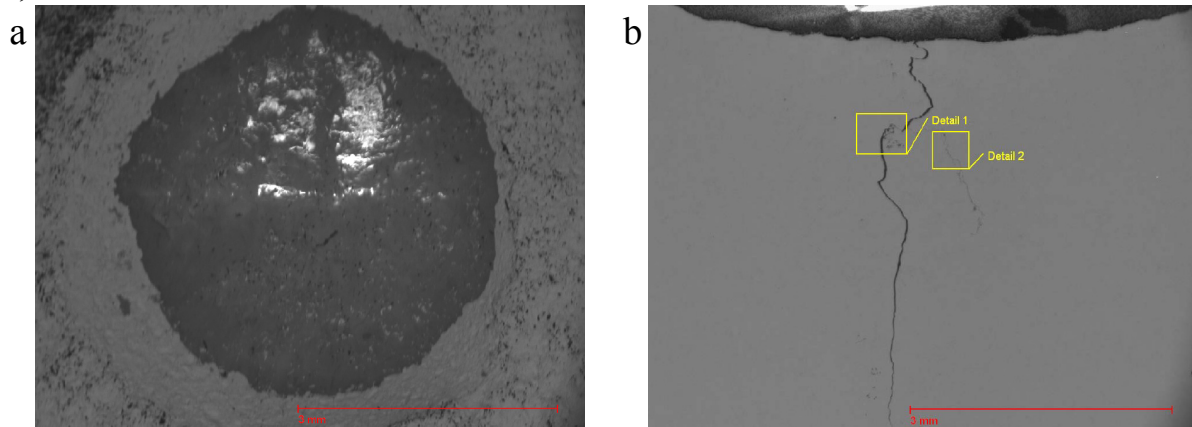
Diese Fehlstellen sind besonders kritisch sowohl in dünnen Bereichen, da möglicherweise Undichtigkeiten entstehen, als auch an zu bearbeitenden Oberflächen (Abbildung 243), wo durch die Rückstände die Bearbeitungswerkzeuge beschädigt werden.





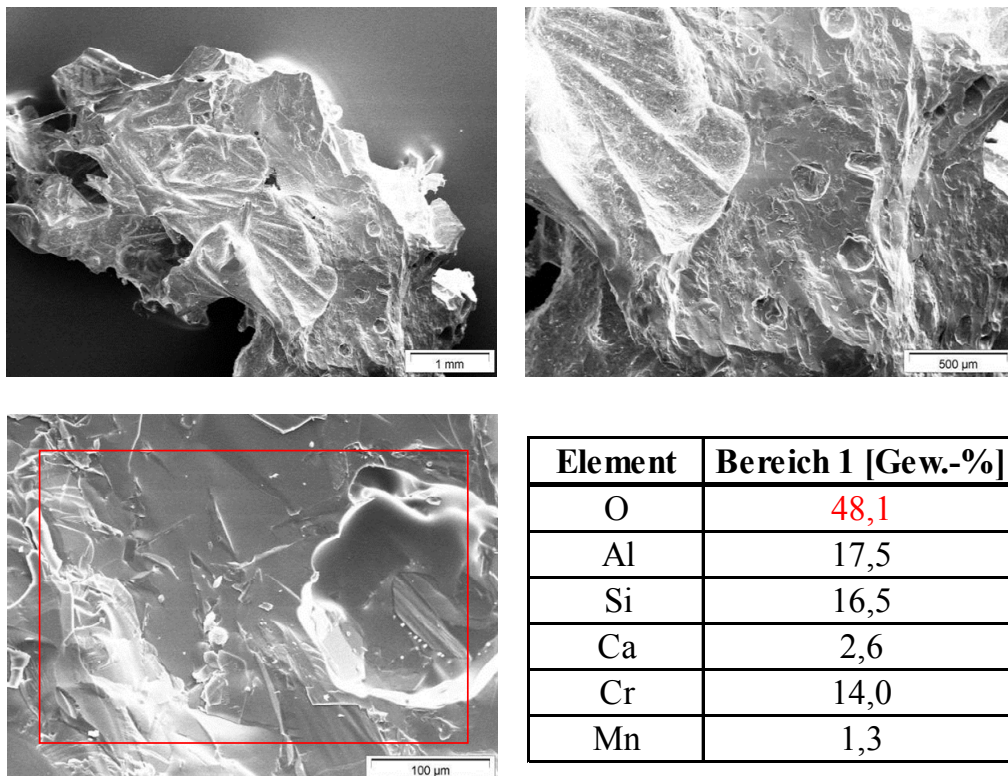
**Abbildung 243: Schlacke im Rohteil**

Mittels REM und EDX kann in Abbildung 244 a) ein erhöhter Anteil der Elemente Si, C, O, Mg und Al (ca. 14 Gew.-%) und in b) C, O und Al (ca. 25 Gew.-%) im Bereich der Schlackefehler gefunden werden, die auch in Form von feinen Schichten im Inneren des Bauteils auftreten können.



**Abbildung 244: a) großflächige Schlackeanhaftung Bauteiloberfläche, b) schichtenförmige Schlacke im Gefüge**

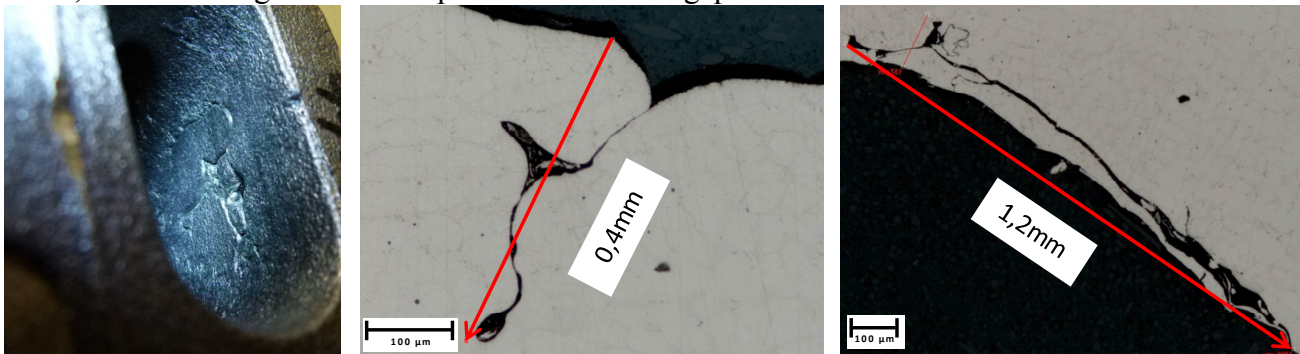
Ein Stück Schlacke, das am Anschnitt anhaftet, ist in Abbildung 245 dargestellt. Diese Fremdkörper können sich von der Schmelzoberfläche lösen und über die Gießdüse ins Bauteil gelangen.



**Abbildung 245: Schlackestück**



Es ergeben sich in allen Untersuchungen bezüglich Schlacke vergleichbar erhöhte Bestandteile, insbesondere O, Al und Si im Schlackestück, in den Anhaftungen und den dünnen Schichten im Bauteil. In Kombination mit Schlackeeinschlüssen treten oft Kaltlauf oder Fließlinien auf (Abbildung 246). Abstellmaßnahmen dafür sind eine verbesserte Entlüftung der Kerngase, die Verwendung grobkörnigen Sandes, die Anhebung der Gießtemperatur und eine angepasste Schlichte.



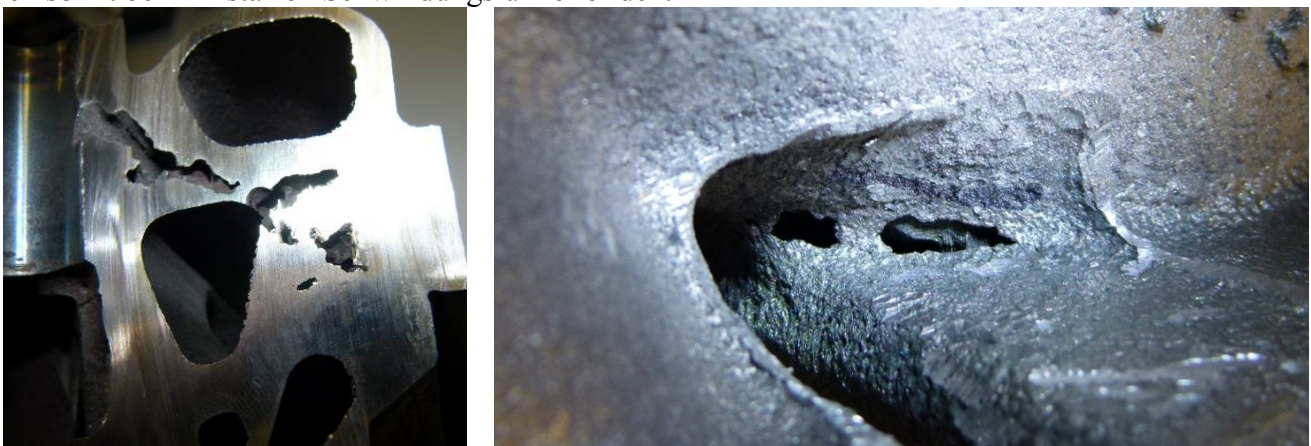
**Abbildung 246: Kaltlauf, Fließlinien**

Großflächige Kaltläufe im Bauteil (Abbildung 247) können insbesondere durch Anhebung der Gießtemperatur beseitigt werden. Hier stellt sich wiederum die beheizte Gießdüse als vorteilhaft heraus, da somit die Temperatur der Schmelze angehoben wird, die zuerst ins Bauteil gelangt.



**Abbildung 247: Kaltlauf Bauteil**

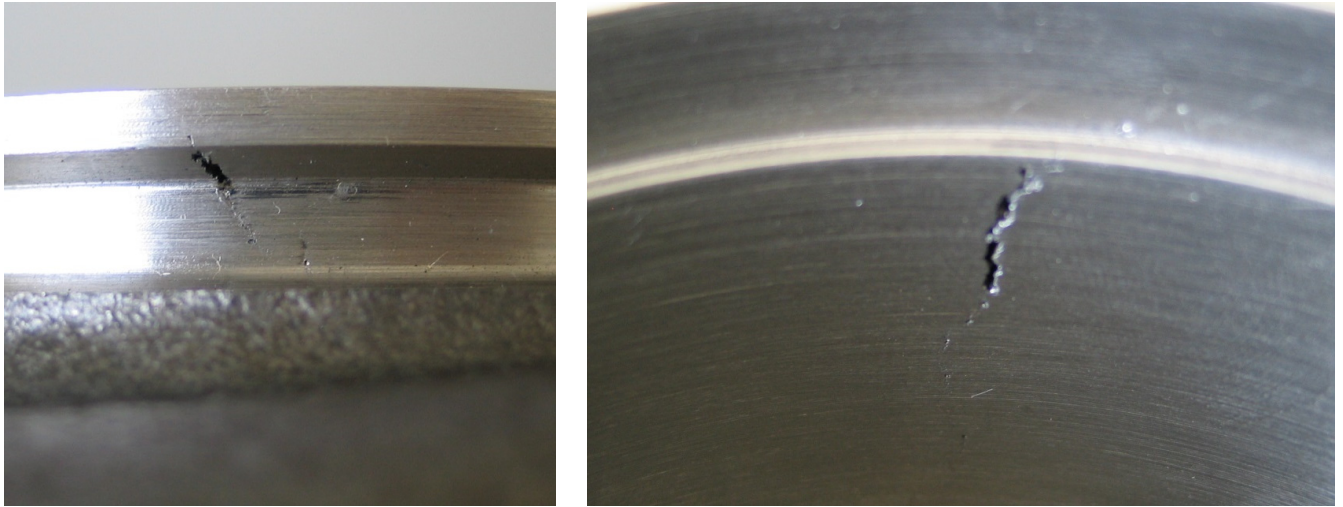
Besonders bei schlecht speisbaren, sehr dicken Bereichen in Bauteilen entstehen thermische Zentren und es kann zu von außen nicht sichtbaren Lunkern kommen. Es treten großflächige Fehlstellen auf, die erst im Schnitt oder bereits am Rohteil sichtbar werden (Abbildung 248). Hier spielen auch Bereiche eine Rolle, an denen sich der Sand zu stark aufheizt, das angrenzende Metall länger flüssig bleibt und sich somit beim Erstarren Schwindungslunker bilden.



**Abbildung 248: Lunker Bauteil**

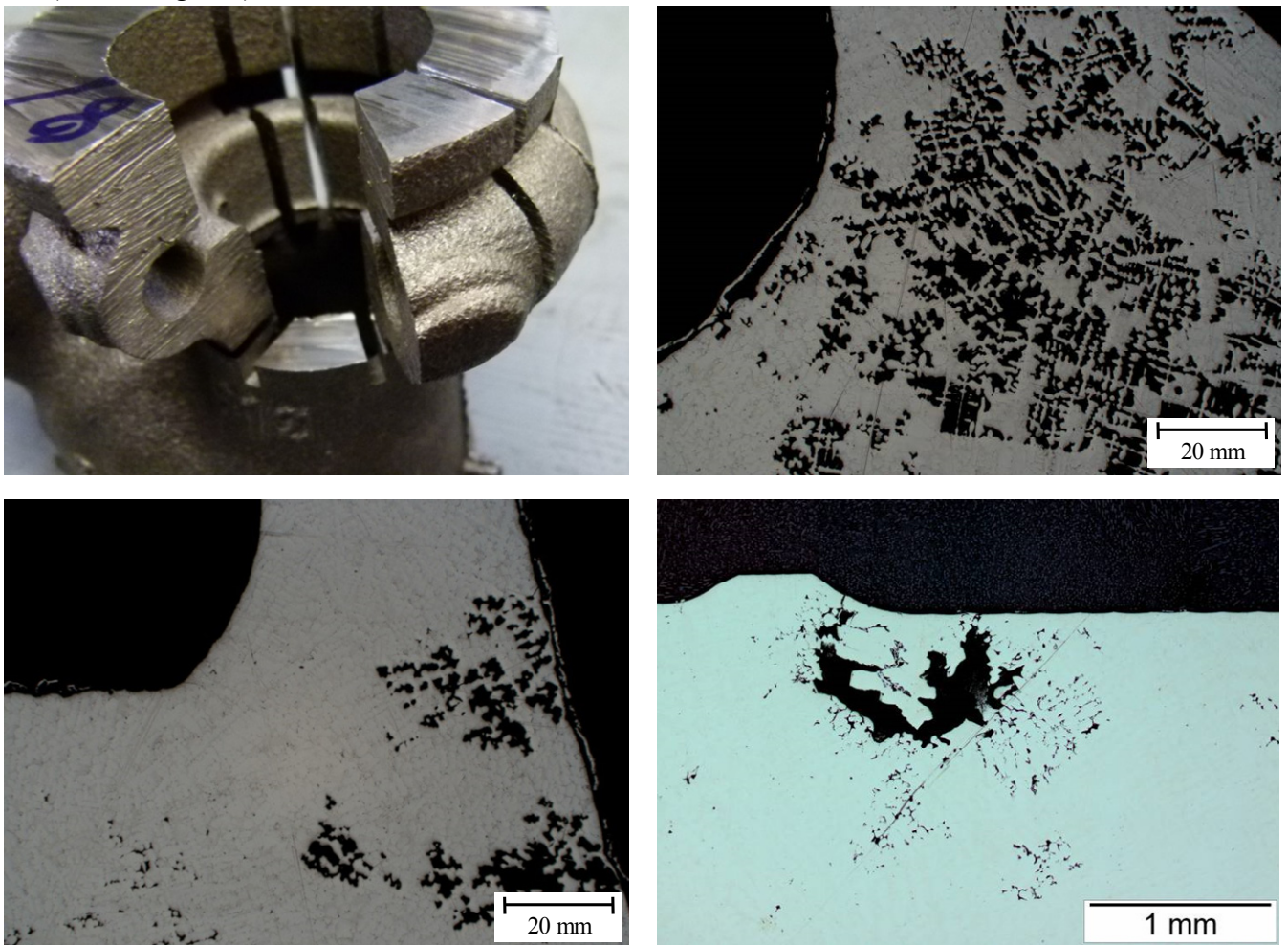


Diese großflächigen Fehlstellen treten vor allem in der Prototypenphase auf, in der das Gussstück bezüglich Anschnitt, Speiser und Rohteilgeometrie noch nicht ausgereift ist. Teilweise werden diese Fehler erst nach der Bearbeitung sichtbar (Abbildung 249). Äußerst kritisch sind Fehlstellen insbesondere im Bereich von Dichtflächen.



**Abbildung 249: Lunker nach Bearbeitung**

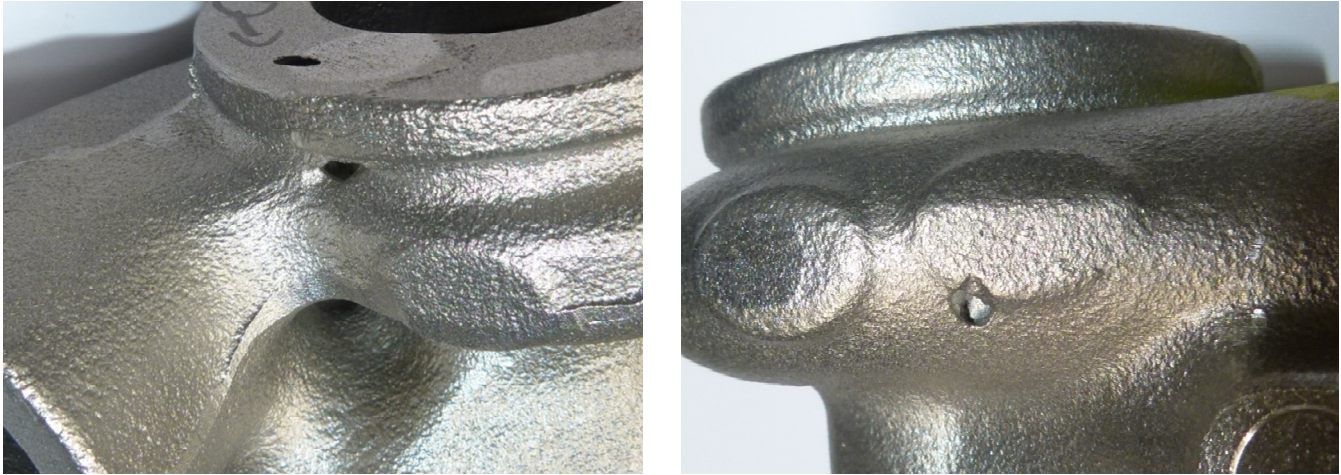
Im Rahmen der Qualitätskontrolle werden an definierten Bereichen des Bauteils Schliffe entnommen und mittels Mikroskop untersucht. Auch hier treten Porositätenfelder an ungenügend gespeisten Stellen auf (Abbildung 250).



**Abbildung 250: Porositäten / Lunker im Bauteil**



Porositäten oder Mikroporositäten sind in jedem Bauteil zu finden, wobei darauf geachtet werden muss, ob diese die Funktion beeinträchtigen. Kritische Fehlstellen können dazu führen, dass ein Bauteil bei Druckbeaufschlagung undicht wird. Außerdem können sie als Bereiche der Rissinitiierung dienen. Gasfehler bzw. Gasblasen (Abbildung 251) bilden sich, wenn einerseits die Gasentwicklung in den Kernen zu hoch ist, und andererseits diese nicht abgeführt werden. Sowohl Entlüftungen im Kernpaket als auch eine angepasste Schlichte wirken diesem Fehler entgegen.



**Abbildung 251: Gasfehler / Gasblasen**

Im Bereich zwischen Abgaseintritt und Speiser ist bei D47 ein Lunker in Verbindung mit einem Gaskanal zu erkennen. Dies scheint nun ein werkstoffbedingter Fehler zu sein, da dies nur bei D47 vermehrt auftritt. Wieder kann eine angepasste Schlichte diese Fehlstellen verhindern (Abbildung 252).



**Abbildung 252: Kombination Lunker / Gas**

Bei Gasfehlern sollte auch auf die Viskosität der Schlichte geachtet werden, da eine steigende Schichtdicke des Schlichteauftrags die Gasdurchlässigkeit negativ beeinflusst.

Auch auf den ersten Blick kleinere Fehlstellen, wie in Abbildung 253 ersichtlich, können im Betrieb zu Rissen und Undichtigkeiten führen, da diese Erstarrungslunker (a) und Kaltläufe (b) bis tief ins Bauteil reichen können. Auch eine behinderte Abfuhr der sich im Kernpaket befindlichen Luft oder der Kerngase kann diese Fehlstellen wiederum begünstigen. Eine Gefügeuntersuchung am Rohteil zeigt verteilte Porositäten im interdendritischen Bereich; hier im Bereich der Volute (c). Diese Poren treten bei Gussstücken immer auf und unterscheiden sich deutlich von Kriechporen, die erst im Betrieb gebildet werden. Wie kritisch diese sind, muss anhand des genauen Bereichs im Bauteil, deren Größe und Anzahl bewertet werden. Die hier sichtbaren Poren sind als eher große Poren (im Schliff max. 100 µm) zu werten, die aber dennoch in diesem Fall unkritisch sind, da sie im Bereich hoher Wandstärken zu finden sind, und nicht in Dichtflächen auftreten.





Abbildung 253: a) Erstarrungslunker, b) Kaltlauf, c) Poren im gegossenen Gefüge

Jedoch tauchen im Gießprozess häufig Fehlstellen auf, die nicht unmittelbar möglichen Ursachen zugeordnet werden können. Abbildung 254 zeigt vermutlich Rückstände einer Gießdichtung, die sich in einem Lunker angelagert hat. Es ist nicht klar, inwiefern diese Partikel die Entstehung des Lunkers selbst beeinflusst haben.

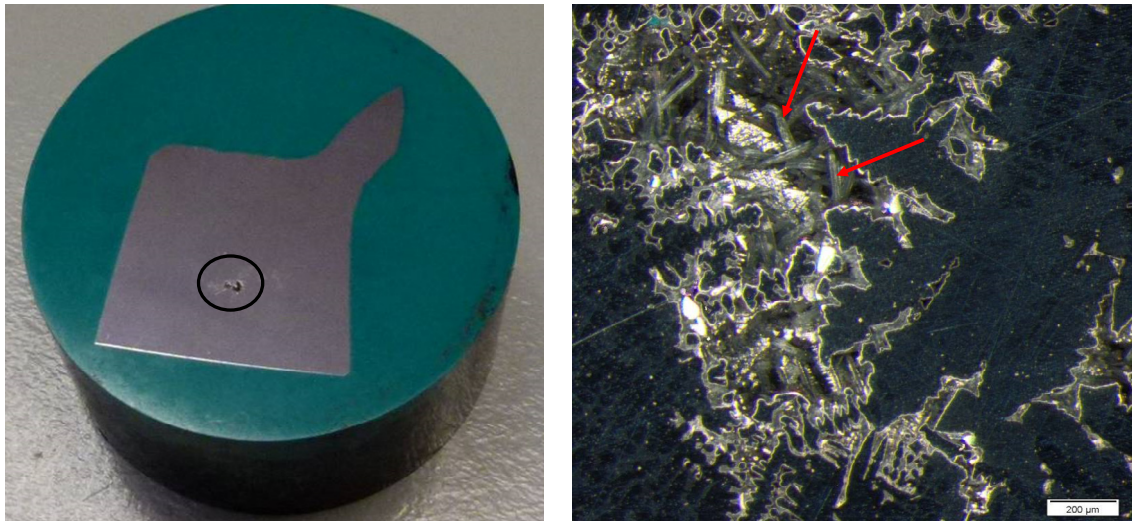


Abbildung 254: Makropore mit Rückständen

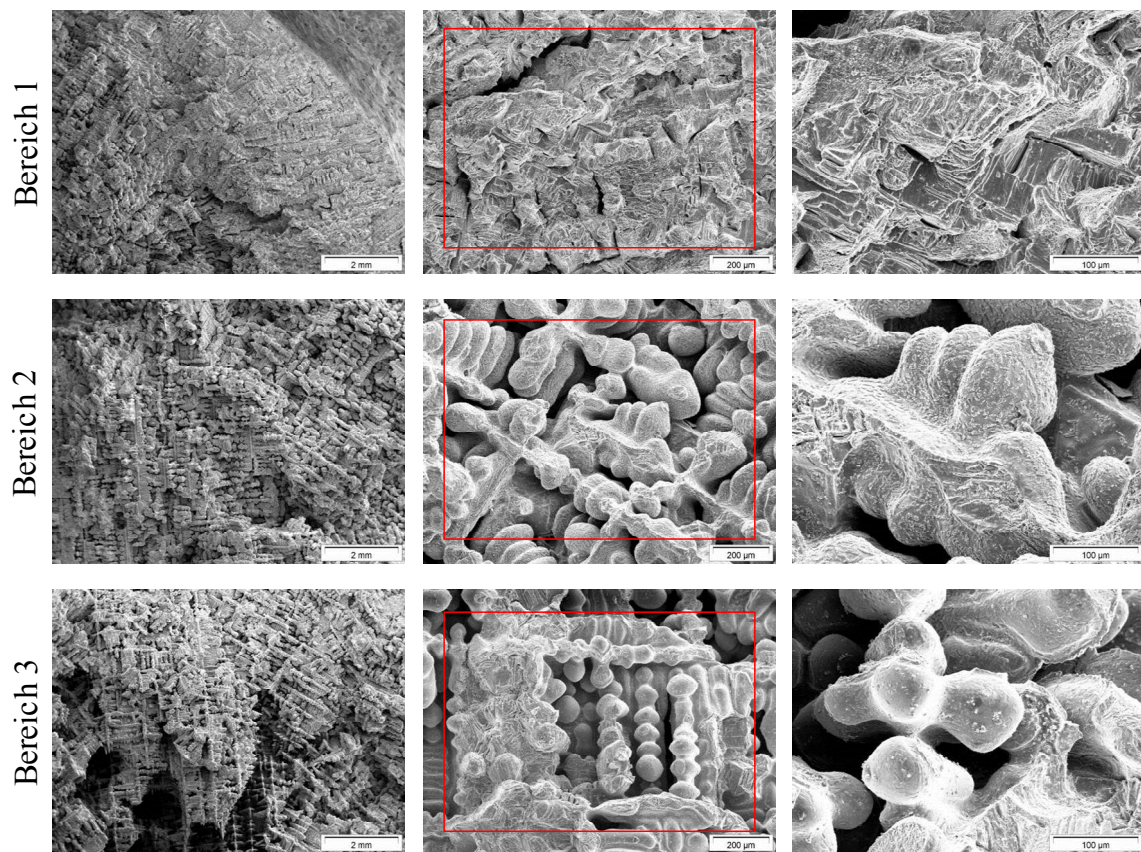
Im lunkerbehafteten Speiserhals eines Bauteils in Abbildung 255 sind drei Bereiche erkennbar. Der Bereich 1 stellt einen Gewaltbruch dar, 2 und 3 führen als innen liegender Lunker zu Fehlstellen im Bauteil. Die deutliche Grünfärbung im Bereich 3 ist auch in anderen Lunkern bei diversen Bauteilen zu finden und ist vermutlich auf Oxidationsprozesse zurückzuführen.

	Bereich 1	Bereich 2	Bereich 3
Element	[Gew.-%]	[Gew.-%]	[Gew.-%]
O	7,5	31,0	30,0
Si	1,5	6,5	3,5
Cr	24,8	25,0	21,9
Fe	23,0	18,1	18,9
Ni	20,0	13,5	13,9
Nb	23,2	5,8	11,9

Abbildung 255: D11 Speiserhals, EDX

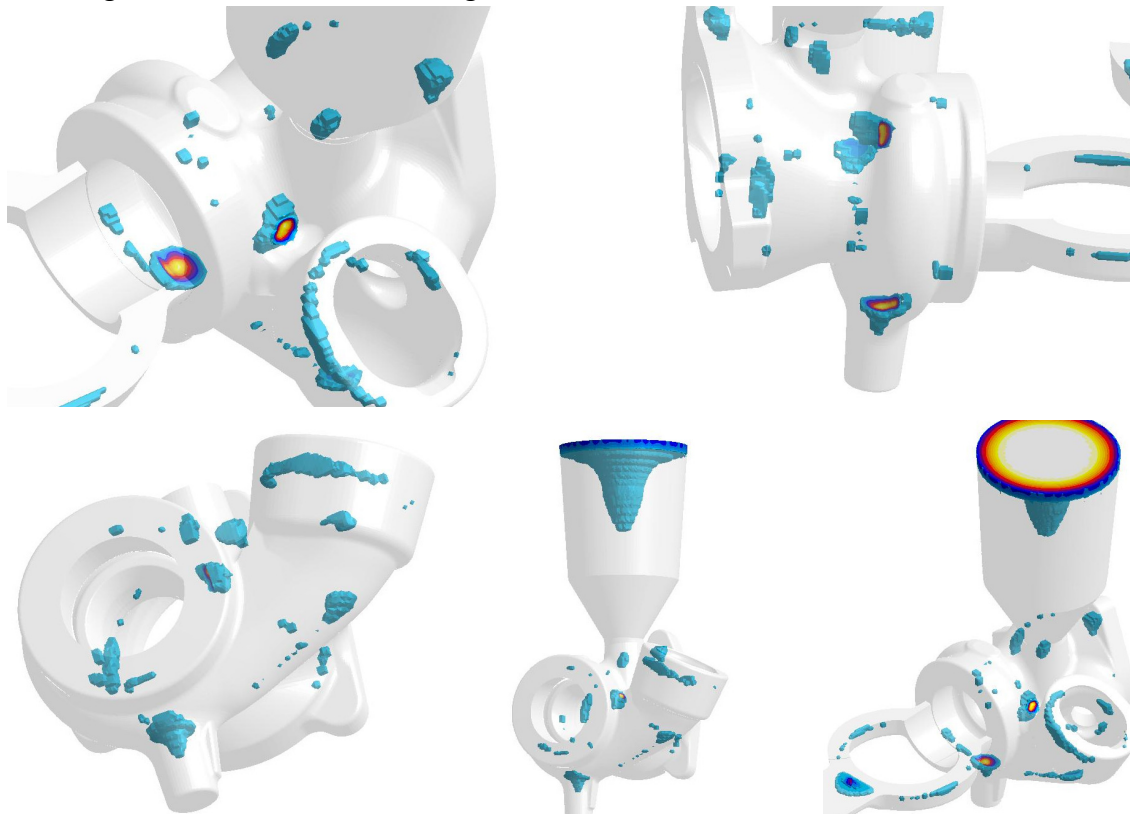
Deutliche Unterschiede sind zwischen den Oberflächen der drei Bereiche zu erkennen, wie auch die REM Aufnahmen in Abbildung 256 zeigen. Die Bruchfläche in Bereich 1 enthält vergleichsweise wenig Sauerstoff. Der hohe Niobgehalt ist vermutlich durch die Anreicherung der Ausscheidungen entlang der aufgebrochenen Korn- bzw. Dendritengrenzen erklärbar. Bereich 2 und 3 sind dendritisch. Während in Bereich 2 die Oberflächen mit Ausscheidungen belegt sind, was sich in einer Si- und Cr-Erhöhung widerspiegelt, besitzen die Dendriten in Bereich 3 eine glatte Oberfläche. Auch eine Gasbildung in Verbindung mit den Schwindungslunkern ist nicht auszuschließen.





**Abbildung 256: D11 Speiserhals, 3 Bereiche**

Die Software Magma bietet die Möglichkeit, Lunkerbildung bzw. die Neigung zur Bildung von Porositäten zu visualisieren. In den eingefärbten Bereichen sind Schwindungslunker sehr wahrscheinlich (Abbildung 257). Deutlich zu sehen ist der gelbweiße Bereich auf dem Speiser. Dieses Einfallsvolumen gleicht das bei der Erstarrung des Bauteils auftretende Volumendefizit aus.



**Abbildung 257: Neigung zu Lunkerbildung in Magma**



Um diese Stellen genauer untersuchen zu können, wird häufig auch die Computertomographie angewendet. Fehlstellen mit geringerer Dichte werden durch im Vergleich zum umgebenden Material dunklere Bereiche dargestellt. In Abbildung 258 b) ist ein Innenlunker im Bereich des Haltebolzens zu erkennen, der in diesem Fall als unkritisch einzustufen ist, da diese Fehlstelle keine Risse im Betrieb hervorruft.

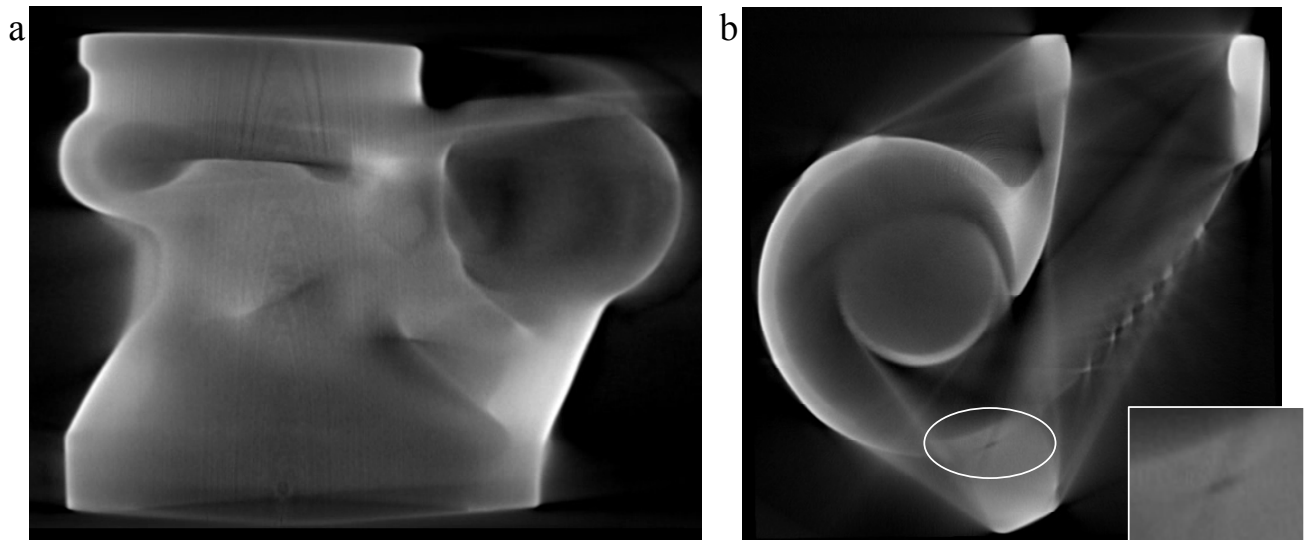


Abbildung 258: Computertomographie

Mit der hier verwendeten Technologie sind Porositätenfelder bzw. Lunker mit einem Durchmesser von größer 400  $\mu\text{m}$  zu sehen. Durch diese beschränkte Auflösung ist nur mittels Schliffen auch die Verteilung der kleineren Mikroporositäten zu erkennen und zu bewerten.

#### 5.4.2 Rissbildung, Gefügeveränderung und Oxidation

Um die Eignung eines Werkstoffes abschließend zu bewerten, ist die genaue Untersuchung eines Gehäuses bzw. kompletten Turboladers nach Betrieb auf einem dafür ausgelegten Prüfstand nötig. Im Vorfeld ist auch hier eine Simulation der gefährdeten Stellen im Bauteil mittels der Software Abaqus möglich. Abbildung 259 zeigt besonders den Bereich der Zunge und des darüberliegenden Abschnitts des Flansches als stark belastet. Die Darstellung der jeweiligen Belastung ist abhängig von Geometrie und Zyklenzahl, wobei in b) steigende Beanspruchungen durch eine höhere Zyklenzahl zu sehen sind.

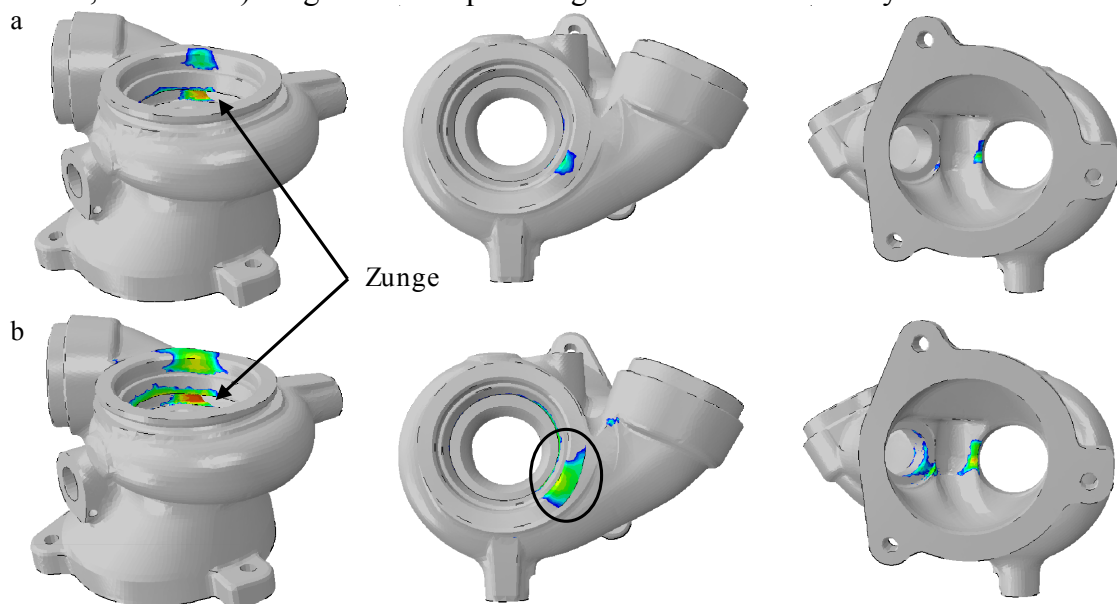


Abbildung 259: a) beanspruchte Bereiche, b) steigende Belastungen durch Erhöhung der Zyklenzahl

In diesen besonders beanspruchten Bereichen sind auch Fehlstellen in Form von Rissen in realen Prototypen anzutreffen. Bauteile und Versuchsprogramm sind in Kapitel 4.3 beschrieben. Insbesondere werden Turbinengehäuse aus D11 und D47 gegenübergestellt. Um die Ergebnisse der Untersuchung auf Probenniveau mit Prüfstandsläufen abgleichen zu können, werden zusätzlich weitere Gehäuse aus anderen Legierungen geprüft und dargestellt.

#### 5.4.2.1 Makroskopische Befundungen

Tabelle 74 gibt einen Überblick und eine Zusammenfassung der diversen Prüfstandtests von Turboladern bzw. Turbinengehäusen und deren Resultate.

**Tabelle 74: Übersicht Prüfläufe**

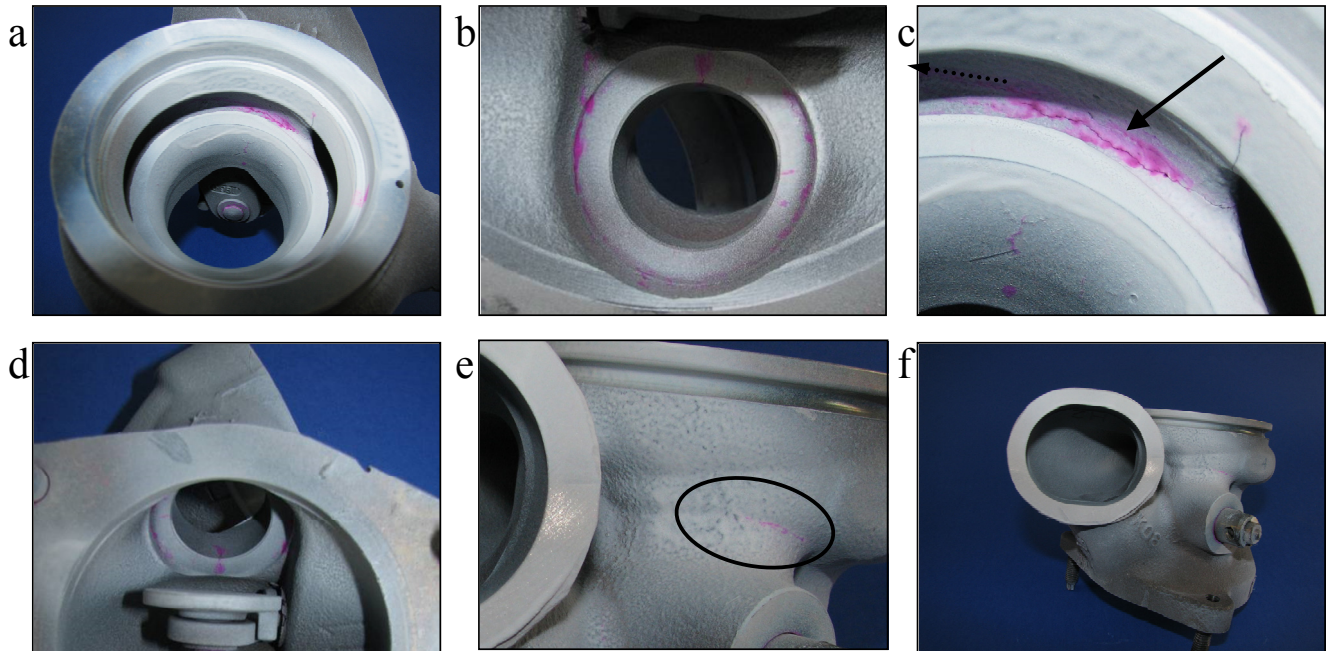
Nr.	Bezeichnung	Prüflauf	Ergebnis
1	D11	Heißgas 1 ATL extrem, 100 h	Referenz
2	D42		keine Auffälligkeit bei Rissen; ähnlich 1
3	D55		höhere Anzahl Risse als 2; erhöhter V-Gehalt vgl. zu 2
4	D42	Motor 2 Pkt.-DL, 350 h	kein Durchriss Verbesserung Oxidation notwendig
5	D11	Motor ATL extrem, 200 h	höchste Beanspruchung vgl. zu 7 und 8 erhöhte Anzahl Risse vgl. zu 1 und 9
6	D47	Motor ATL extrem, 200 h	weniger Risse vgl. zu 5
7	D11	Motor Nardo 4 Pkt.-DL, 650 h	Durchriss
8	D11	Motor Fahrzeug-DL 165000 km	Risse in Bereich Zunge keine kritischen Risse
9	D11	Heißgas 2 ATL extrem, 100 h	erhöhte Beanspruchung vgl. zu Heißgas 1; Durchriss
10	D52		sehr hohe Rissanzahl in kritischen Bereichen niedriger C- und N-Gehalt negativ geringfügig niedriger Si-Gehalt
11	D53		bezüglich Rissen gleich oder besser als 9 vergleichbarer Mn-Gehalt vgl. zu D54
12	D54	Motor Nardo 4 Pkt.-DL, 230 h	keine kritischen Risse
13	D53	Motor Fahrzeug-DL 87200 km	Risse nur im Bereich Zunge keine kritischen Risse

Anschließend sind die Legierungszusammensetzungen der geprüften Turbinengehäuse abgebildet. D53 gilt sowohl bezüglich Legierungselemente als auch Werkstoffkennwerte als vergleichbar zu D47.

**Tabelle 75: Zusammensetzung Legierungen Prüfstandversuche**

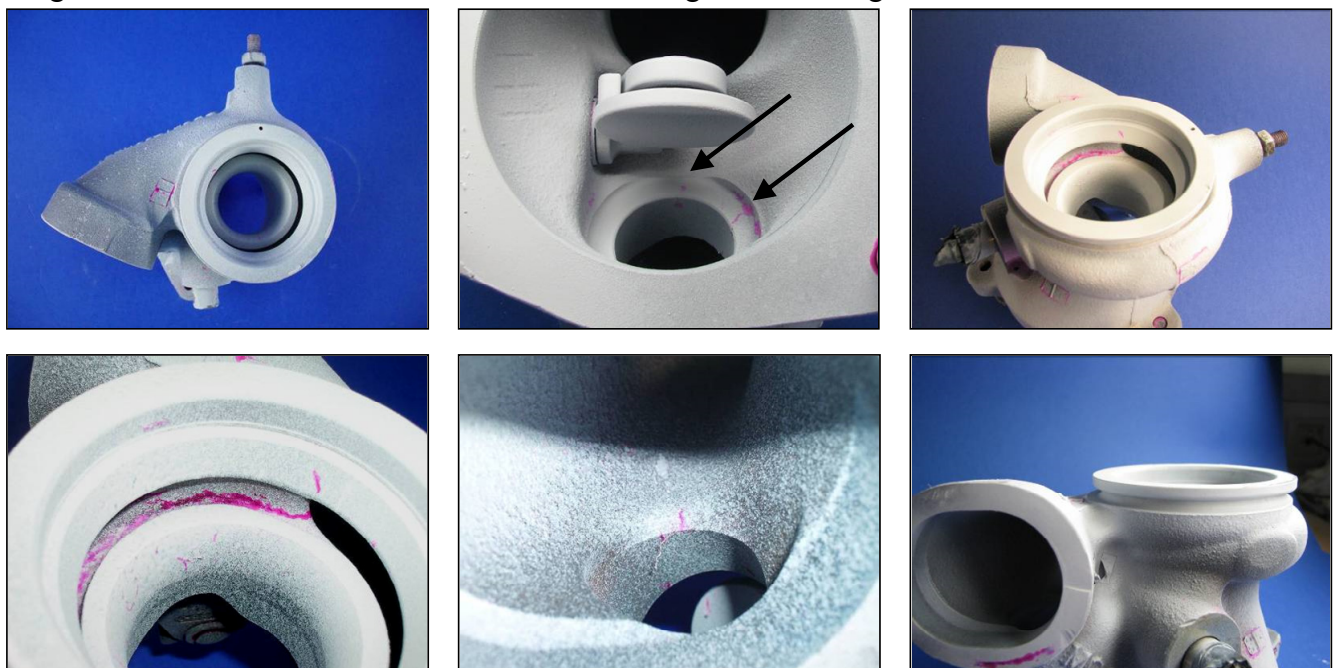
Bezeichnung	% Ni	% Cr	% C	% W	% Si	% Nb	ppm N	% Mn	% Al	% andere
D11	<b>35,3</b>	18,9	0,37	0,11	2,25	1,67	793	0,11	0,01	0,05 Mo
D42	11,6	23,9	0,35	1,01	1,17	1,01	2560	<b>0,33</b>	0,01	-
D47	11,6	23,2	0,32	0,96	1,12	0,3	3164	<b>0,15</b>	-	-
D52	11,5	22,7	0,22	0,88	1,03	0,44	<b>815</b>	0,16	-	-
D53	11,4	23,6	0,32	0,89	1,27	0,43	2720	0,12	-	-
D54	11,6	23	0,41	0,92	1,19	0,45	2618	0,12	-	-
D55	11,8	24,1	0,35	0,98	1,1	1,01	2460	0,31	0,01	0,1 Mo, <b>0,3 V</b>

Im Folgenden werden die wichtigsten Details der Farbeindringuntersuchungen der geprüften TGs dargestellt. Die erste Parallelprüfung von drei Gehäusen (D11, D42 und D55) im Test „ATL extrem“ mit 100 h Laufzeit auf dem Heißgasprüfstand und anschließender Risseindringprüfung ist in den folgenden Abbildungen zu sehen. Dabei gilt auch hier jeweils der Werkstoff D11 als Referenz. Die Abbildungen stellen eine Übersicht dar, in der nicht jeder Riss abgebildet werden kann. Bereiche wie Volute, Zunge, Abgaseintritt, Abgasaustritt und Wastegate sind zu sehen. In den Bewertungen muss jedoch jeder Riss berücksichtigt werden. Hier ist die Position der Risse bzw. der Durchrisse wichtig, wobei besonders Durchrisse als äußerst kritisch zu bewerten sind. In Abbildung 260 ist der Riss in der Zunge ca. 3,5 cm lang. Dieser Riss ist jedoch nicht zu verhindern und stellt keine kritische Beschädigung dar. Um die Funktion der Turbine nicht zu beeinträchtigen sind Materialverschiebungen und Materialausbrüche insbesondere im Bereich der Lauffläche zu vermeiden.



**Abbildung 260: D11, 100 h Heißgasprüfstand a) Volute, b) Abgasaustritt, c) Zunge, d) Wastegate, e) Gehäuse außen, f) Abgaseintritt (Nr. 1)**

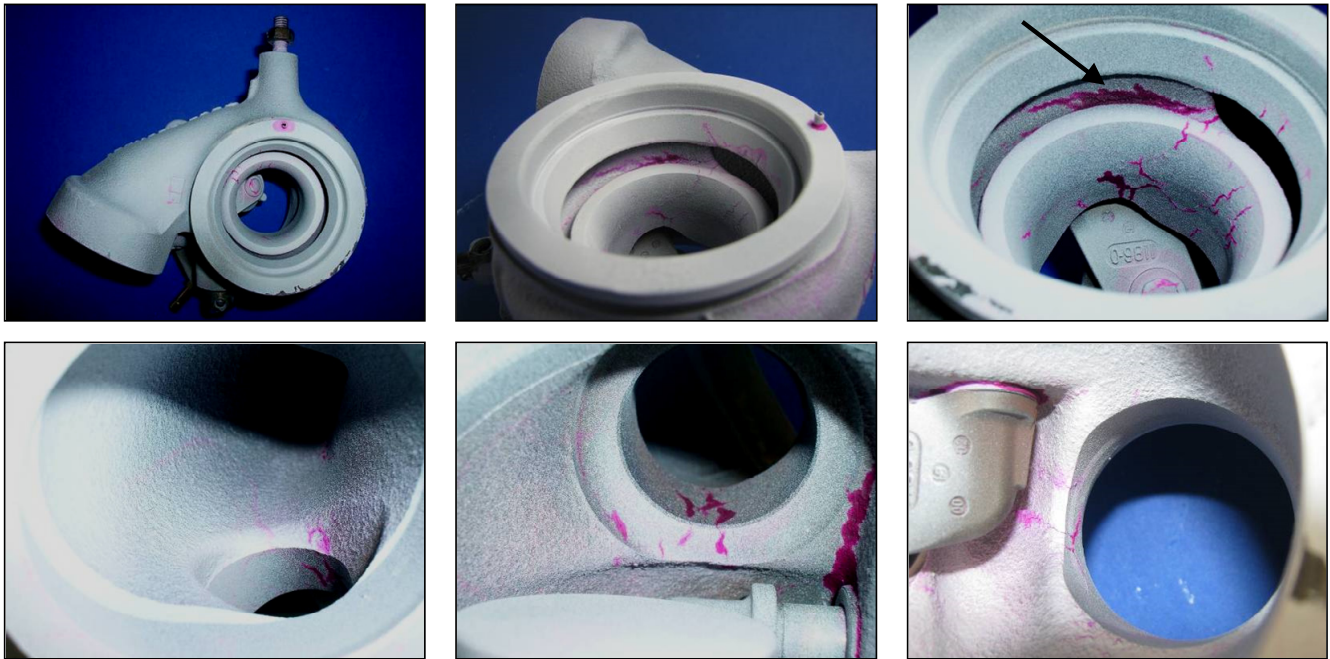
Im Vergleich zu Abbildung 260 zeigt D42 in Abbildung 261 ähnliche bis kürzere Risse im Bereich der Zunge und der Gehäuseaußenseite. Im Bereich Wastegatetellerauflage sind zwei Risse zu sehen.



**Abbildung 261: D42, 100 h Heißgasprüfstand (Nr. 2)**



Bei D55 sind deutlich vermehrt Risse im Bereich Turbinenlauffläche und Wastegate zu finden. Dies lässt in diesem Fall auf einen negativen Einfluss des Legierungselements Vanadium auf das Rissverhalten im Prüfstandversuch schließen. Der Riss im Bereich der Zunge ist im Vergleich zu D11 länger ausgeprägt.



**Abbildung 262: D55, 100 h Heißgasprüfstand (Nr. 3)**

Bei diesen drei Gehäusen (D11, D42 und D55) sind allgemein eher geringe Oxidationsspuren auf der Bauteiloberfläche zu finden. D11 und D42 zeigen auch ein vergleichbares Rissverhalten, während D55 mehr Risse aufweist.

Um dieses Ergebnis zu verifizieren, werden die Werkstoffe anschließend auf Motorprüfständen getestet. In Abbildung 263 ist der Werkstoff D42 nach einem 350 h Dauerlauf mit Zyklen zwischen 300°C und 1050°C abgebildet.



**Abbildung 263: D42, 350 h 2 Pkt.-DL (Nr. 4)**

Bei diesem Versuch ist eine stark erhöhte Anzahl und Länge der Risse zu erkennen. Auch ist eine unregelmäßige dicke Oxidationsschicht auf der durch das Abgas stark belasteten Oberfläche bei D42 zu

sehen. Abbildung 264 zeigt das Turbinengehäuse vor der Farbeindringprüfung. Insbesondere im Bereich des Wastegatekanals sind deutliche Oxidationsrückstände auf der Bauteiloberfläche vorhanden.



**Abbildung 264: D42, 350 h 2 Pkt.-DL (Nr. 4)**

Wird D42 mit Prüfläufen des Werkstoffs D11 verglichen, ist eine geringere Oxidationsbeständigkeit vorhanden. Dies wurde auch im Rahmen der Werkstoffuntersuchungen mittels der Oxidationsversuche bestätigt.

Die Beanspruchung auf dem zuvor genannten Heißgasprüfstand ist dem „ATL extrem“ auf dem Motorprüfstand nachempfunden, welcher eine Laufzeit von 200 h mit Zyklen zwischen 30°C und 1050°C aufweist. Dieser Test am Motor wird verwendet, um alle beanspruchten Stellen aufzuzeigen, an denen Risse entstehen können. Der Prüflauf bringt durch ein Temperaturdelta von ca. 1020°C deutlich höhere Belastungen für das Gehäuse mit sich. Wiederum gilt D11 in Abbildung 265 als Referenzwerkstoff.





**Abbildung 265: D11, ATL extrem (Nr. 5)**

Zahlreiche Risse treten bei D11 im Bereich der Turbinenlauffläche auf. Durchrisse sind im Abgaseintritt und der Volute, stark ausgeprägte Risse im Bereich der Zunge und des Flansches zum Mittelstück des Turboladers zu sehen. Außerdem sind Anstreifriefen des Turbinenrades am Gehäuse zu erkennen, was durch die Verformung des Bauteils bei hoher Temperaturbeanspruchung hervorgerufen wird.

Abbildung 266 zeigt einen ATL extrem Prüflauf mit einem Turbinengehäuse aus dem Werkstoff D47. Neben unkritischen Rissen im Bereich der Zunge und des Wastegatekanals ist vor allem der Riss im Bereich des Abgaseintritts auffällig. Dieser ist jedoch kein Durchriss und kann somit als unkritisch eingestuft werden. Allgemein lässt sich erkennen, dass D47 in diesem Prüfprogramm eine bessere Beständigkeit gegenüber Rissen aufweist.





Abbildung 266: D47, ATL extrem (Nr. 6)

Ein weiteres spezielles Programm bietet der 4 Pkt.-Nardo Dauerlauf mit 650 h; dargestellt in Abbildung 267 am Werkstoff D11.

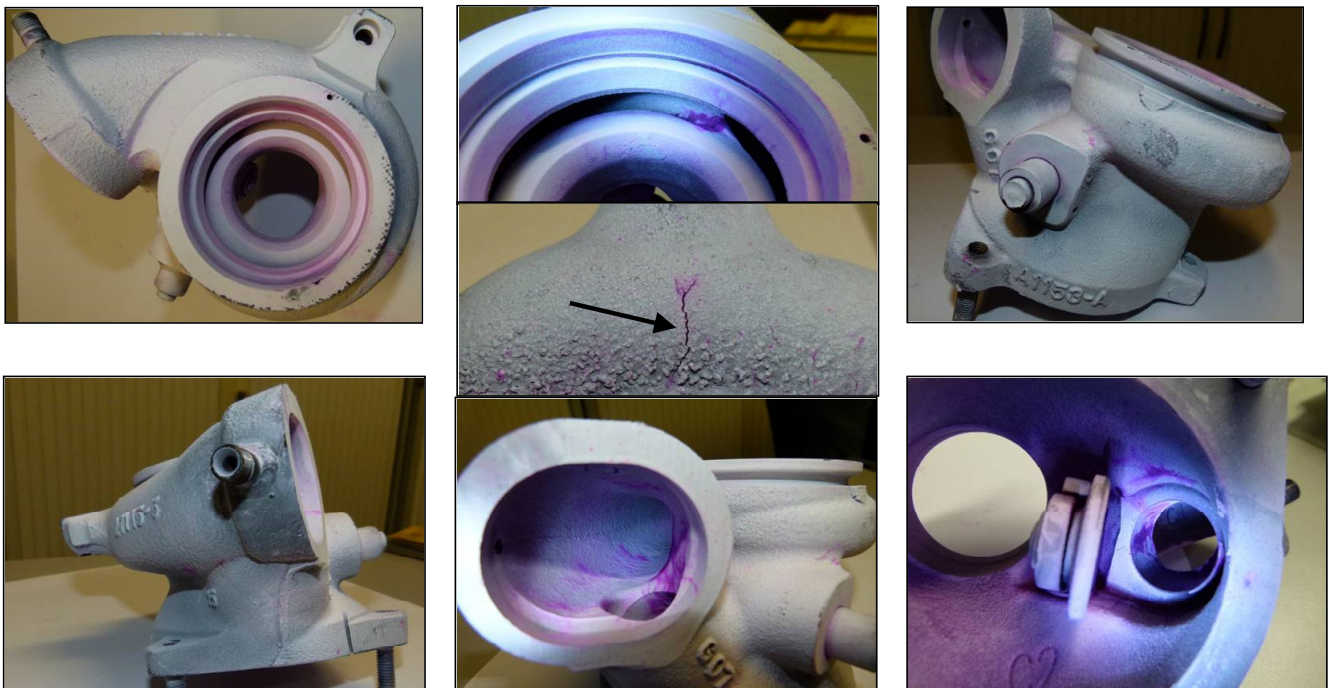


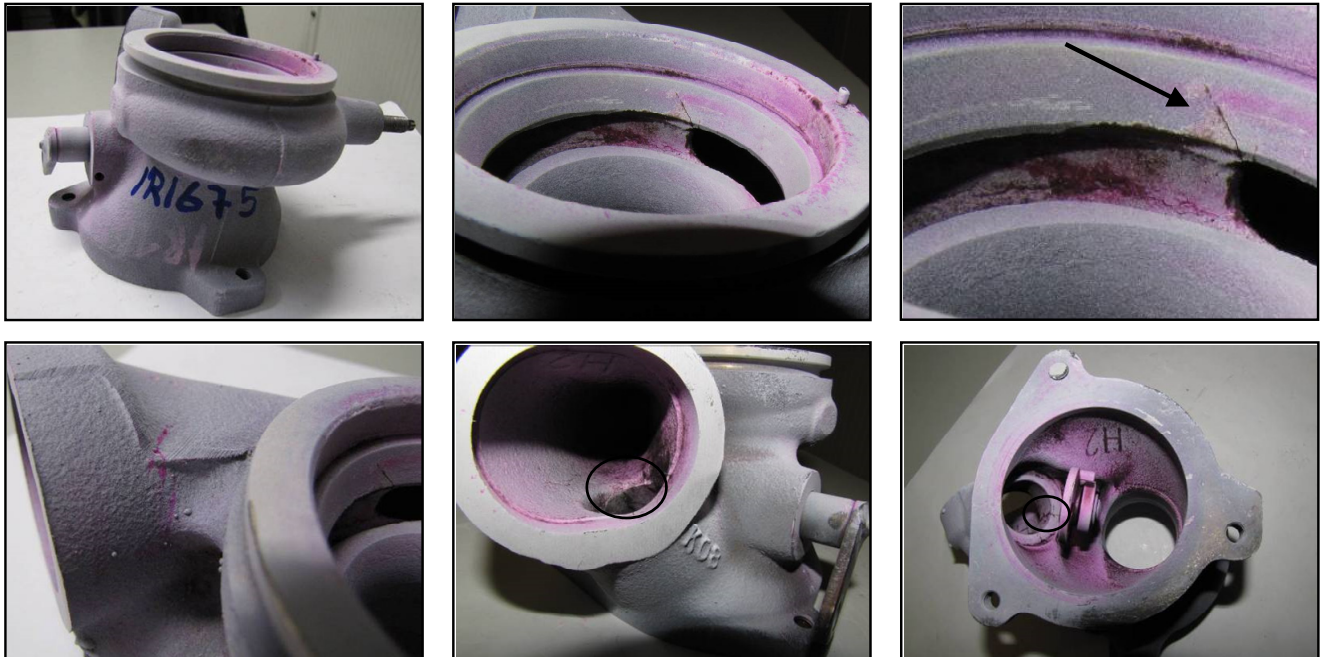
Abbildung 267: D11, 650 h 4 Pkt.-Nardo-DL (Nr. 7)

Bei diesem Bauteil handelt es sich noch um ein veraltetes Design des M271, kann aber zum Vergleich der Bauteile herangezogen werden. Hier findet sich ein großer Durchriss im Bereich der Volute in Richtung Halteauge. Dieser wird eindeutig erkannt, wenn das Gehäuse innen mit Eindringmittel



behandelt wird und die Farbe nach außen durchdringt. Allgemein sind jedoch Anzahl und Ausprägungen der Risse wesentlich geringer als im vorangegangenen ATL extrem Dauerlauf.

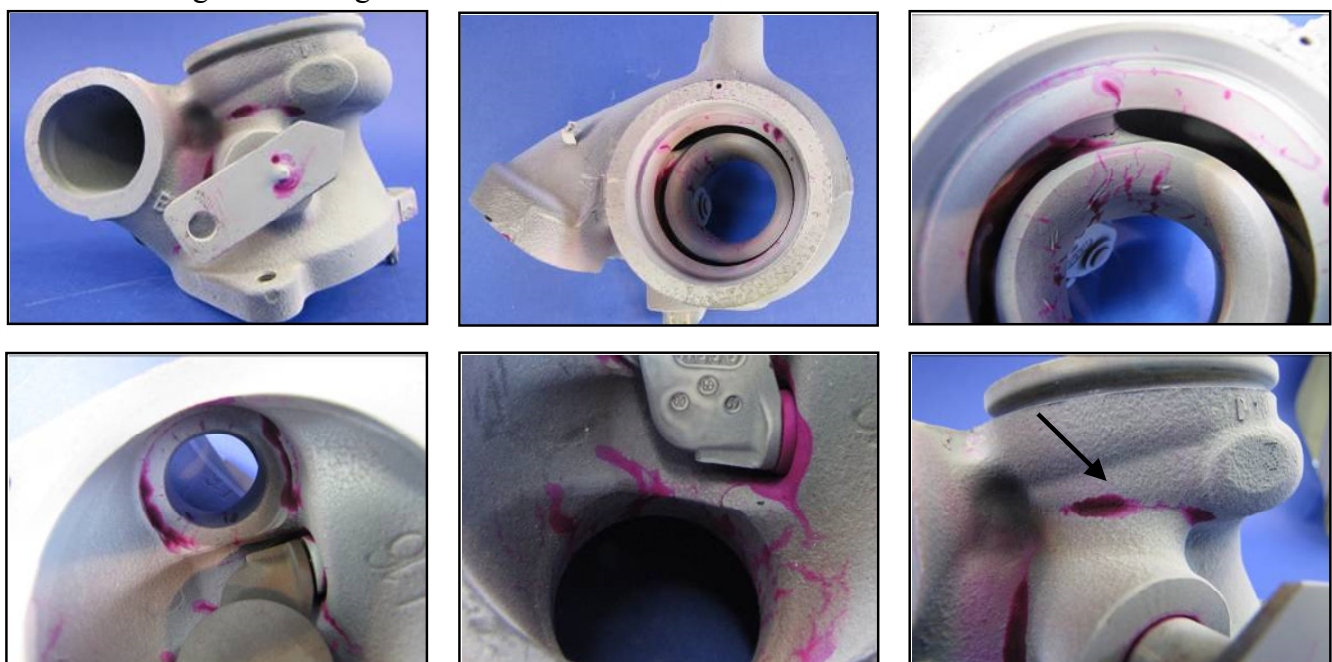
Als Vergleich zu den Tests auf Motorprüfständen ist an dieser Stelle ein realer Fahrzeug-Dauerlauf des Werkstoffs D11 mit ca. 165000 km auf der Straße zu sehen (Abbildung 268).



**Abbildung 268: D11, Fahrzeug-Dauerlauf ca. 165000 km (Nr. 8)**

Auch hier sind die Risse wieder an den gleichen, den höchstbelasteten Stellen zu finden, insbesondere im Bereich Wastegate. Wird die Anzahl und Länge der Risse betrachtet, lässt sich dieser Lauf bezüglich Intensität zwischen ATL extrem und 4 Pkt. Nardo-DL einordnen.

In einem zweiten Vergleichslauf auf dem Heißgasprüfstand werden D11, D52 und D53 parallel gefahren (Heißgas 2). Das Versuchsprogramm entspricht dabei dem ersten Lauf (Heißgas 1). D11 gilt wieder als Referenz. Bei diesem Werkstoff ist in Abbildung 269 ein Durchriss im Bereich der Volute / Wastegatesteuerung zu finden.



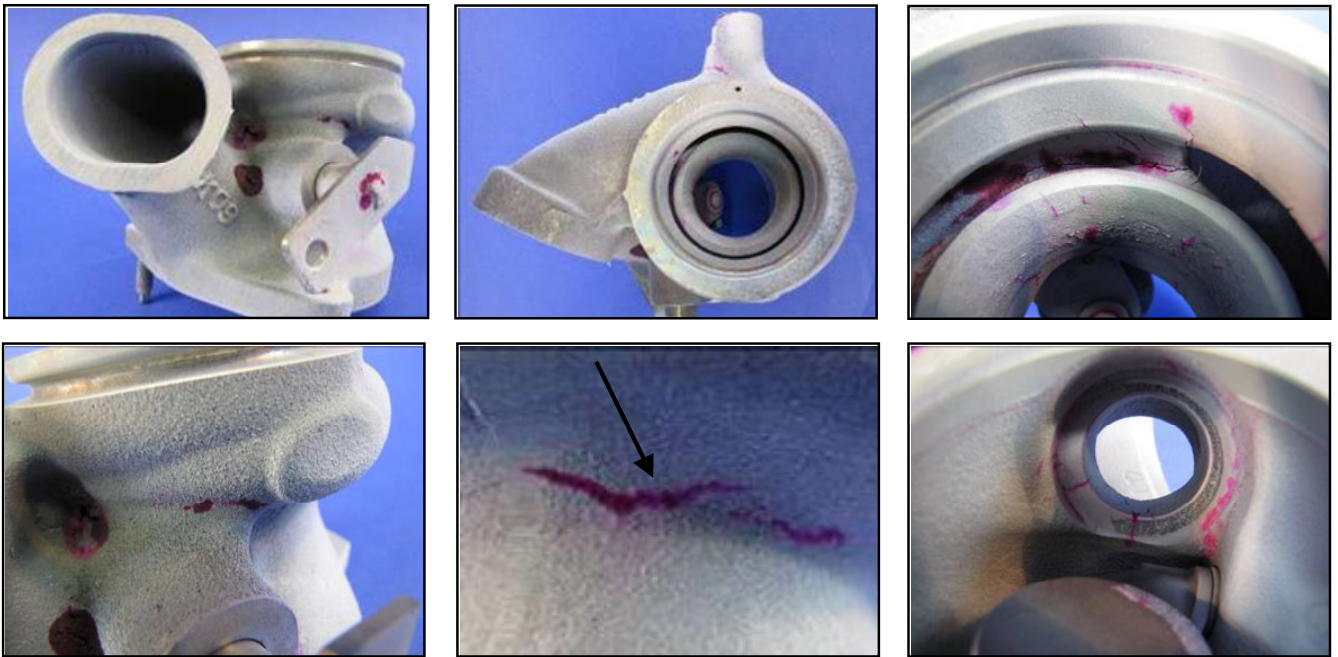
**Abbildung 269: D11, 100 h Heißgasprüfstand (Nr. 9)**

Stark aufklaffende Risse sind bei D52 bereits ohne Farbeindringprüfung erkennbar. Im Vergleich zu D11 ist ein extrem starker Anstieg der Risszahl in allen Bereichen zu sehen. Besonders dramatisch ist dies im Bereich der Zunge und der Wastegateklappenauflage. Der Grund hierfür lässt sich nicht ausschließlich dem Oxidationsverhalten zuordnen. Verantwortlich dafür könnte die in Abbildung 181 (Kapitel 5.2.2) ersichtliche verringerte Kriechbeständigkeit sein.



**Abbildung 270: D52, 100 h Heißgasprüfstand (Nr. 10)**

D11 und D53 weisen Risse an sehr ähnlichen Stellen auf (Abbildung 269 und Abbildung 271). Auch die Anzahl und Ausdehnung der Risse ist vergleichbar, jedoch hat D53 im gekennzeichneten Bereich keinen Durchriss, lediglich einen Anriss.

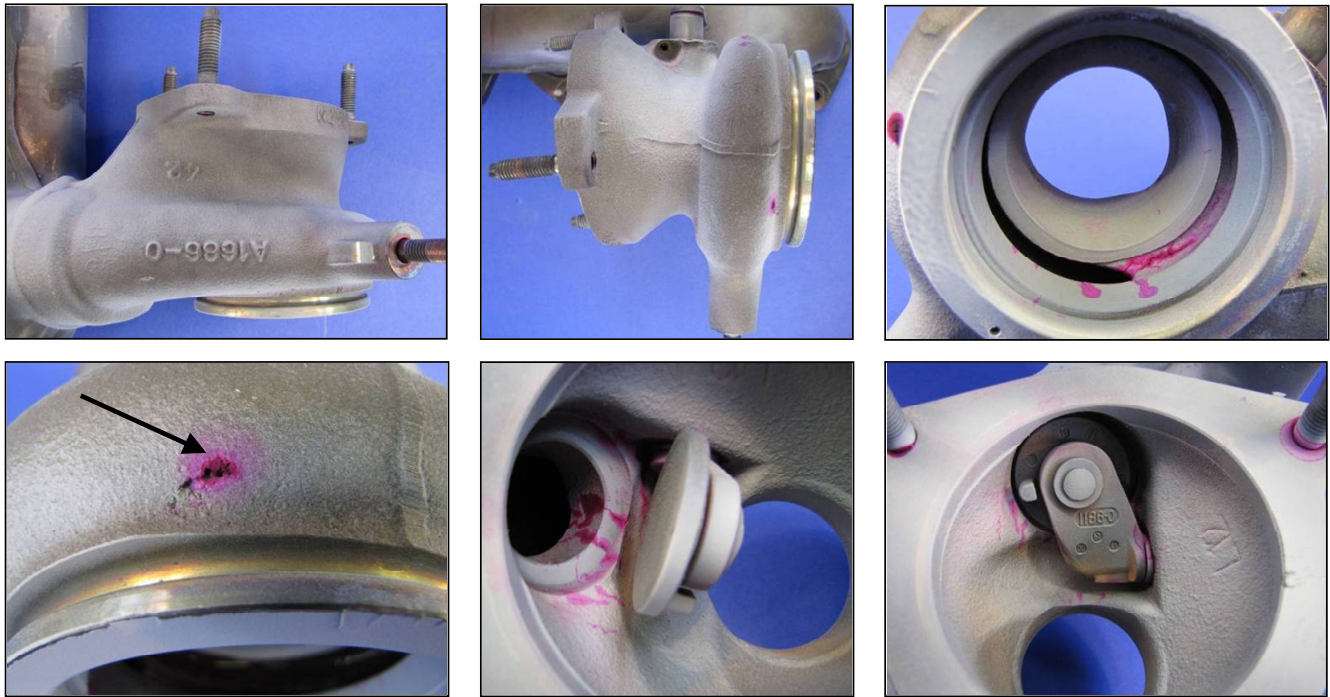


**Abbildung 271: D53 (entspricht D47), 100 h Heißgasprüfstand (Nr. 11)**

Im Vergleich zum Werkstoff D52 hat D53 wesentlich mehr Stickstoff und Kohlenstoff, was das Rissverhalten positiv beeinflusst. Allgemein besitzt diese Legierung ein sehr gutes Rissbild, welches vergleichbar oder sogar besser als D11 ist.

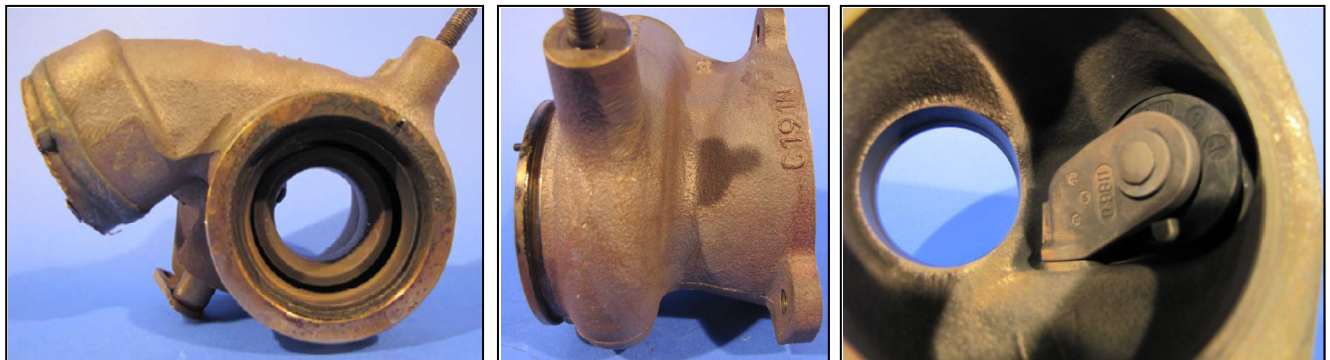
Anschließend wird ein Nardo-Dauerlauf mit dem Werkstoff D54 (die Analyse ist vergleichbar zu D47) durchgeführt. Dieser hat jedoch mit 227 h eine wesentlich geringere Laufleistung als D11. Es können keine Risse an riskanten Stellen gefunden werden. Ein Gussfehler, der durch die hohe Belastung an die Oberfläche tritt, ist gekennzeichnet.





**Abbildung 272: D54, 227 h Nardo-DL (Nr. 12)**

Fünf Taxi-Dauerläufe mit einer maximalen Laufleistung von ca. 87000 km können mit dem Werkstoff D53 realisiert werden. Das Oxidationsverhalten wird als unproblematisch angesehen (Abbildung 273).



**Abbildung 273: D53 (entspricht D47), 87200 km Taxi-Dauerlauf (Nr. 13)**

Risse können ausschließlich im Bereich der Zunge und im darüberliegenden Abschnitt des Flansches festgestellt werden. Diese Risse tauchen in jedem Dauerlauf bei jedem untersuchten Werkstoff auf und werden deshalb als unkritisch eingestuft.

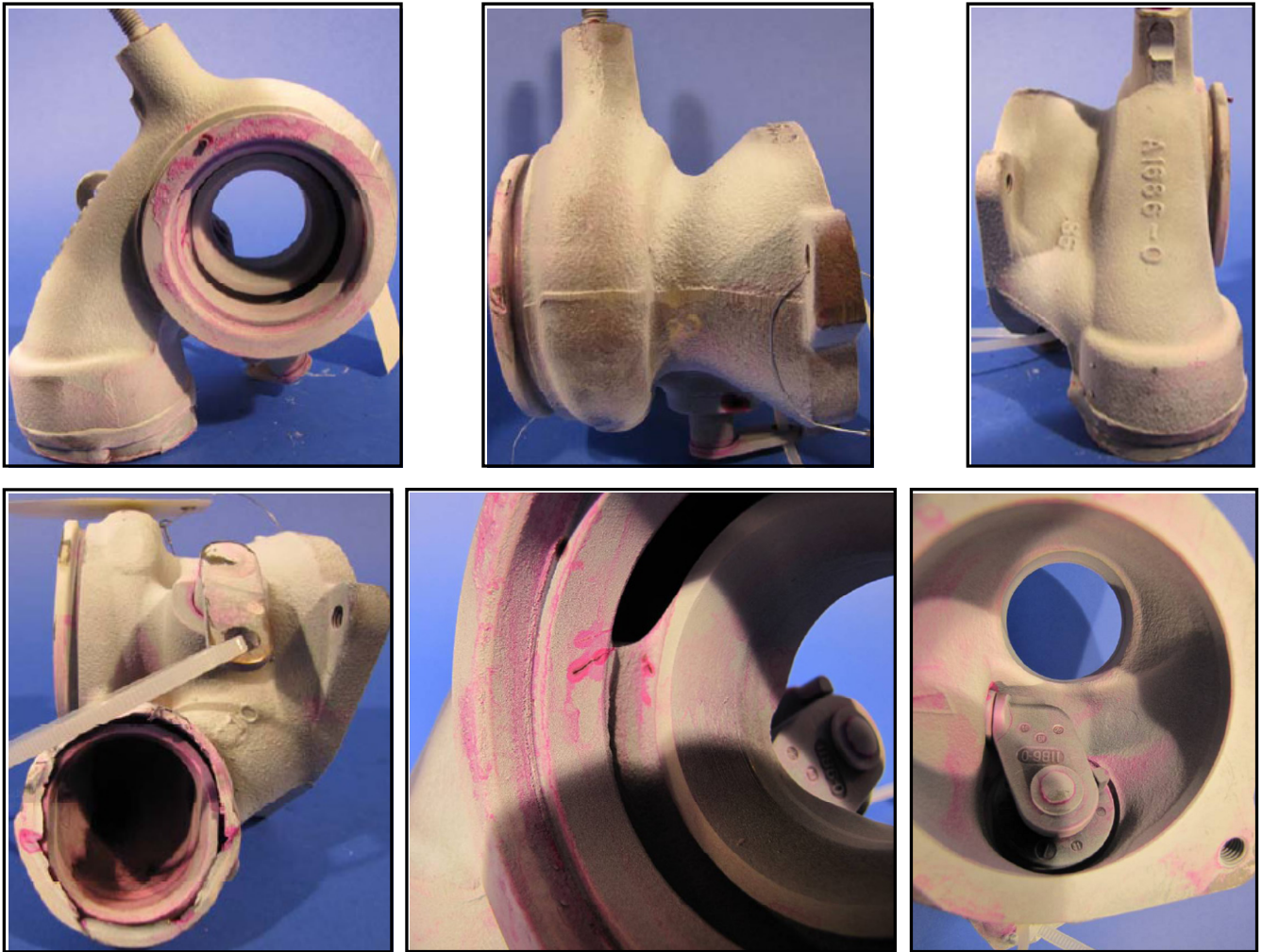


Abbildung 274: D53 (entspricht D47), 87200 km Taxi-Dauerlauf (Nr. 13)

Der Riss im Bereich der Zunge ist deutlich kleiner als der des 165000 km Fahrzeug-Dauerlaufs von D11.

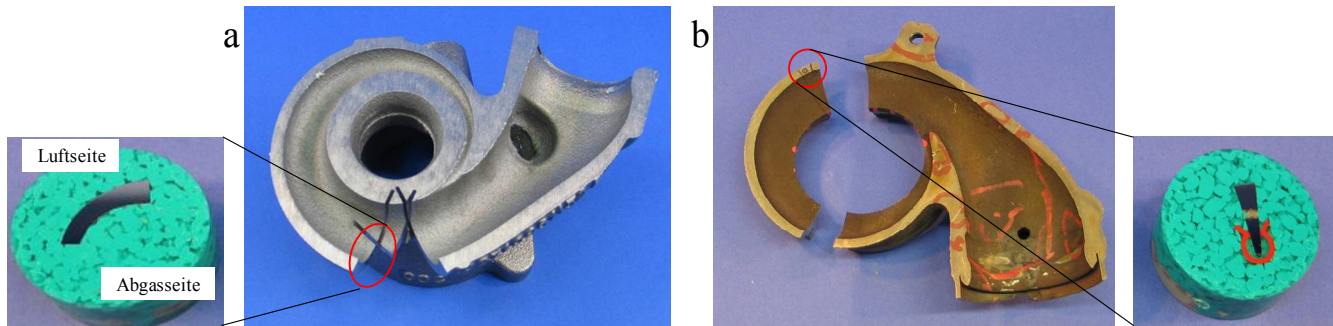
Nach diesen Tests lässt sich sagen, dass die Dauerläufe auf dem Heißgasprüfstand eine gesteigerte Belastung verglichen zu den Motorprüfständen aufweisen. Dies resultiert vermutlich aus den höheren benötigten Massendurchsätzen an Gas um eine ausreichende Prüftemperatur zu erreichen. Auch die Abkühlgradienten sind höher. Die Zusammensetzung der beteiligten Gase ist nicht identisch zu realem Abgas von Motoren, was zu anderen oxidativen Angriffen führt. Zusammenfassend stellt die Prüfung auf dem Heißgasprüfstand eine extreme Belastung im Entwicklungsprozess dar und zeigt die am stärksten geschädigten Bereiche des Gehäuses. Aus den hier aufgeführten Bauteiltests wird D47 als geeigneter Werkstoff für die Anwendung im Turbinengehäuse eines Abgasturboladers eingestuft. Es sind keine negativen Eigenschaften im Vergleich zu D11 erkennbar.

#### 5.4.2.2 Mikroskopie der Bauteile

Im folgenden Abschnitt werden Gefügeveränderungen und Oxidation bei austenitischen Werkstoffen durch die zyklischen Auslagerungen auf den Prüfständen mittels Metallographie untersucht. D11 repräsentiert hier die Gruppe der Austenite und soll mögliche Veränderungen des Gefüges und Schadensursachen im Betrieb aufzeigen. Abbildung 275 zeigt am Beispiel D11 ein getrenntes Gehäuse im Gusszustand (a) und nach 350 h auf einem Motorprüfstand (b). Vor allem die gasführenden Kanäle

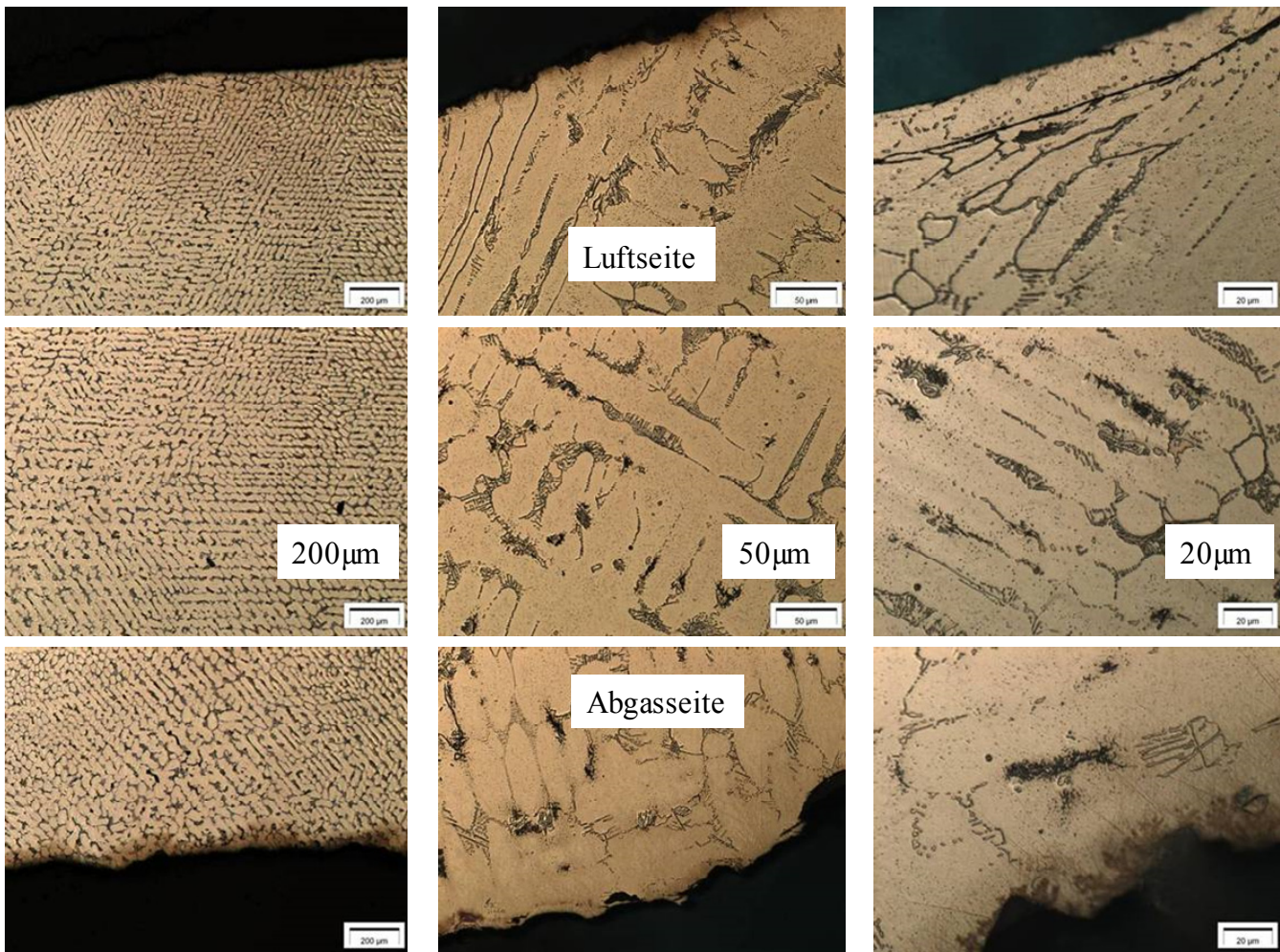


haben sich durch Oxidation und Ablagerungen dunkel verfärbt. Abgebildet sind zwei mögliche Entnahmestellen für Schlitze.



**Abbildung 275: a) TG im Gusszustand, b) TG nach Motorprüfstand**

In Abbildung 276 wird die Gefügestruktur und -orientierung des Gehäuses im Gusszustand näher untersucht. Dabei entspricht die Luftseite der Seite in Richtung Abdeckkern und die Abgasseite der Seite in Richtung Innenkern, an der durch die langsamere Abkühlung ein größeres Gefüge zu erwarten ist.

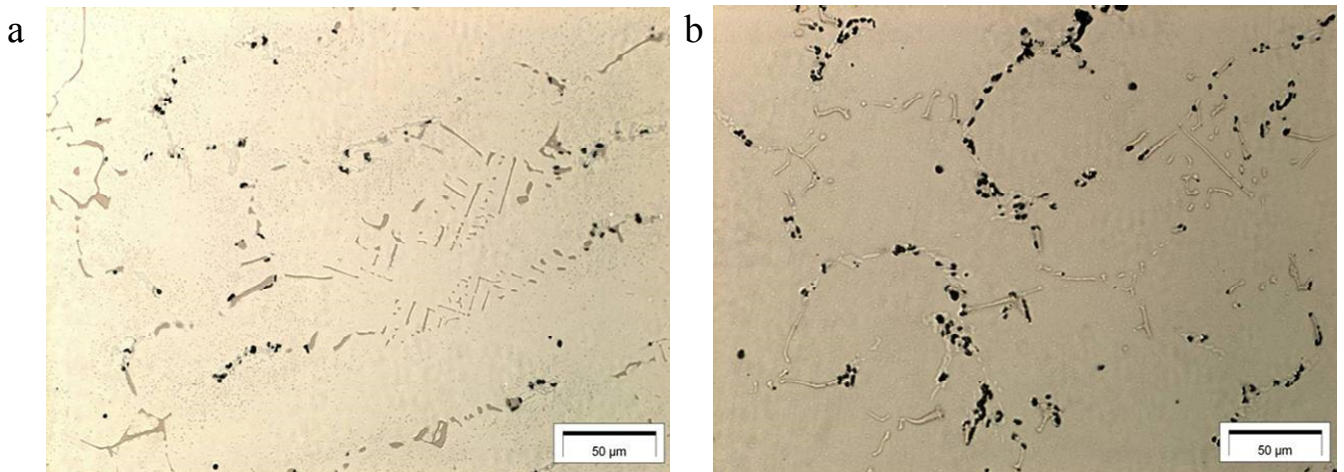


**Abbildung 276: Gussstruktur - Gefüge Adler Ätzung 15s**

Durch den geringen Querschnitt im Bereich der Volute ist der Unterschied in der Dendritengröße jedoch zu vernachlässigen.

Beim Vergleich der Probenmitte (a) mit dem Probenrand (b) im ungeätzten Zustand in Abbildung 277 lassen sich unterschiedliche Porendichten finden. An dieser Stelle muss jedoch darauf hingewiesen werden, dass auch vereinzelt Bereiche mit geringer Porendichte am Probenrand gefunden werden können und somit die Porendichte stark vom untersuchten Bereich abhängt.

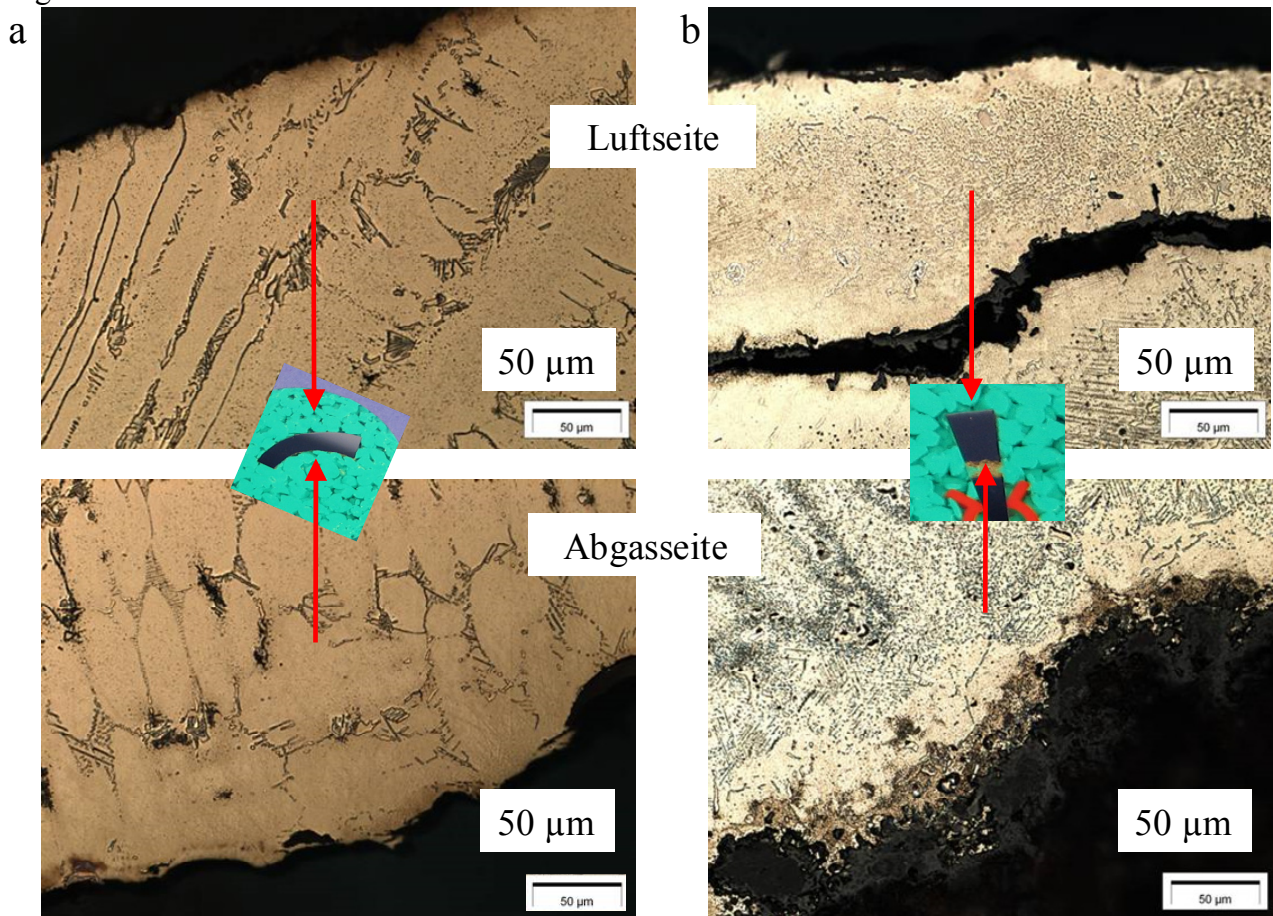




**Abbildung 277: Poren auf Ausscheidungen a) Probenmitte, b) Probenrand**

Durch die Anhäufung der Poren im interdendritischen Bereich steigt an diesen Stellen die Anfälligkeit für Risse entlang den Dendritengrenzen.

Im direkten Vergleich der Bereiche eines Gehäuses im Gusszustand (Abbildung 278 a) und eines Gehäuses nach einem Prüfstandslauf (b) ist ein deutlicher Unterschied der Randbereiche sichtbar. Diese Gefügeveränderungen sind größtenteils Oxidationsprozessen zuzuschreiben, die sowohl der Matrix Legierungselemente entziehen als auch Temperatureinflüssen, die Ausscheidungen auslöschten und Neue herbeiführen können. In b) sind vor allem neu gebildete kleine punktförmige Ausscheidungen im Gefüge zu sehen.

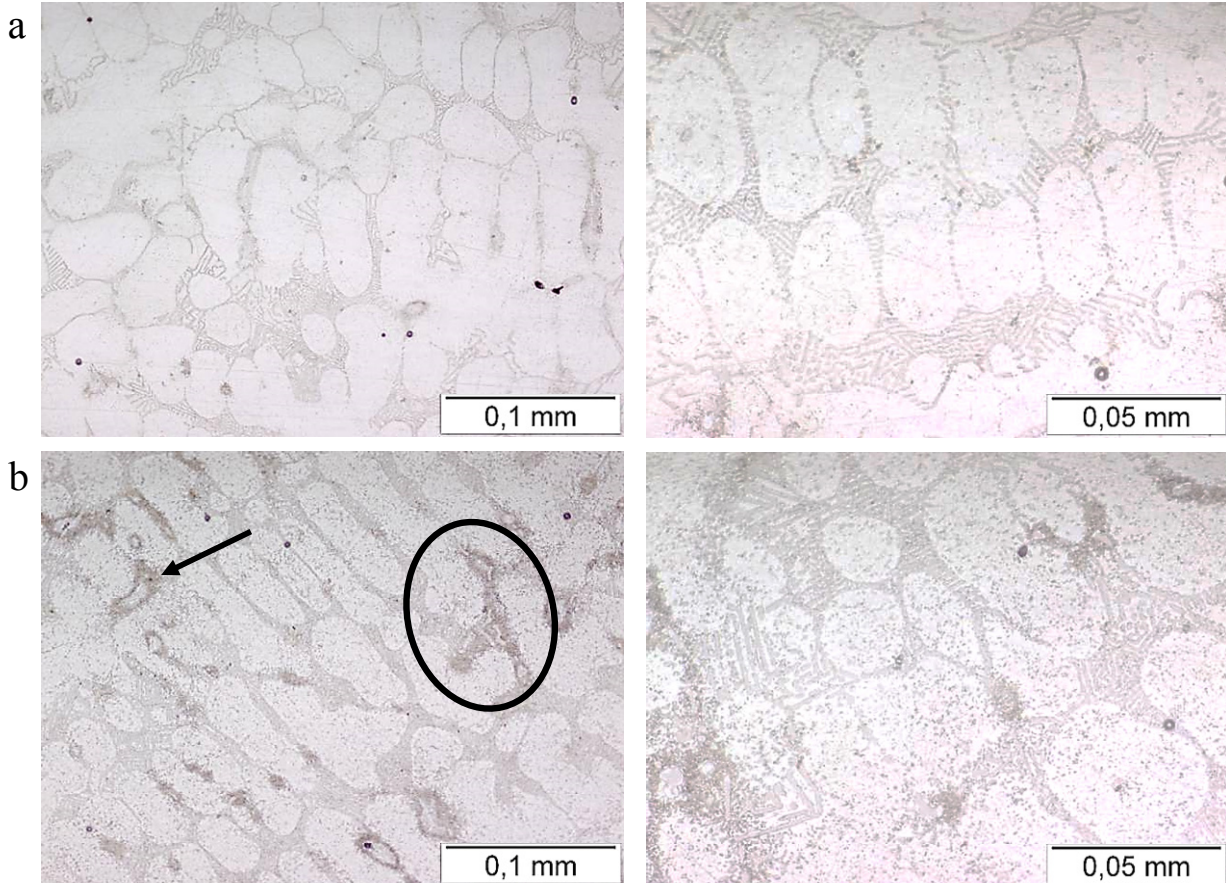


**Abbildung 278: Adler Ätzung, 15s a) Gusszustand, b) nach Prüflauf**

Um speziell die Gefügeveränderungen genauer zu betrachten, werden zwei weitere Gehäuse (Gusszustand und nach Prüflauf 500 h heiß-kalt) untersucht. Hier werden die Proben der beiden Gehäuse an identischen Stellen entnommen. Im Vergleich zu Abbildung 279 a) sind in b) deutlich neue Ausscheidungen im Inneren der Dendriten zu finden. Eine Vergrößerung der Dendriten selbst ist jedoch



nicht ersichtlich. In den markierten Bereichen sind neu entstandene Karbidwolken zu sehen, die durch Einformung der einzelnen Karbide bzw. durch neue Ausscheidungen entstehen.

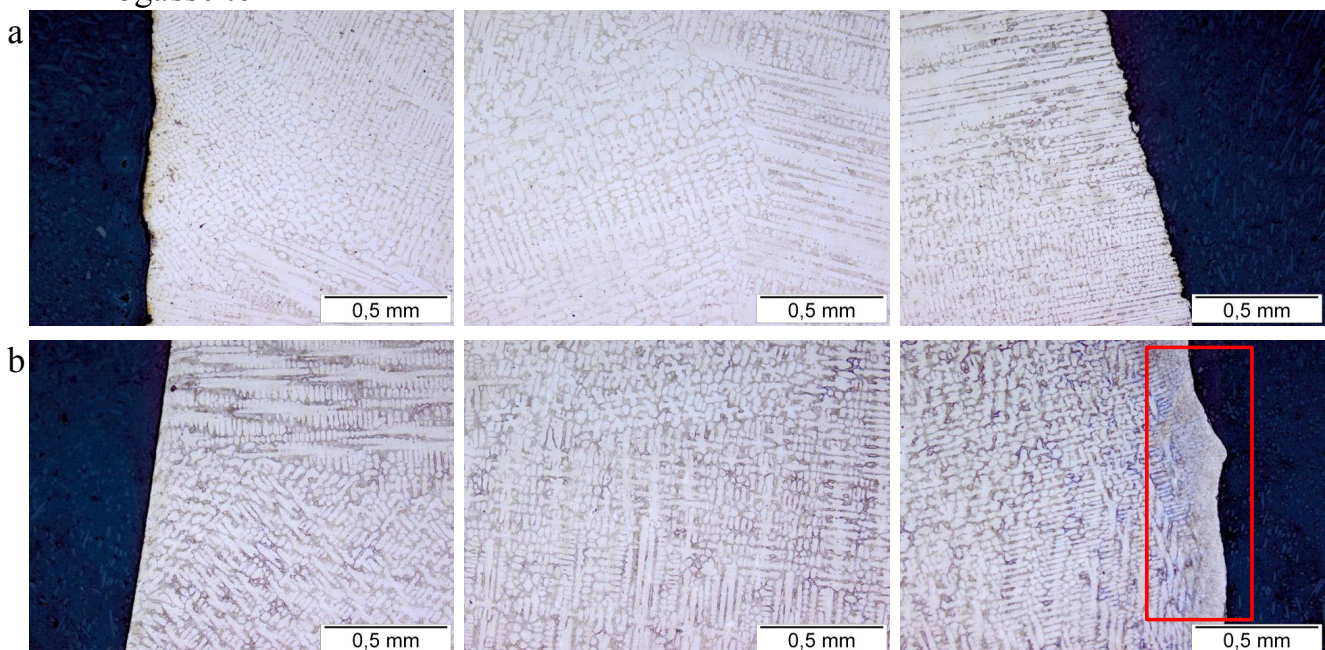


**Abbildung 279: Gefüge a) Gusszustand, b) nach Prüfstand zyklisch 500 h**

Auch in Abbildung 280 b) ist keine Vergrößerung der Dendriten im Vergleich zu a) zu sehen. Während auf der Abgasseite (Gusszustand bzw. Zustand nach Prüflauf) in diesen Aufnahmen keine Unterschiede auftreten, ist an der Luftseite in b) ein Verschwinden der dendritischen Struktur im Bereich von ca. 0,15 mm am Rand zu erkennen, was in der teilweisen Auflösung der interdendritischen Gefügebestandteile und der Bildung einer chromreichen Oxidschicht begründet ist.

Abgasseite

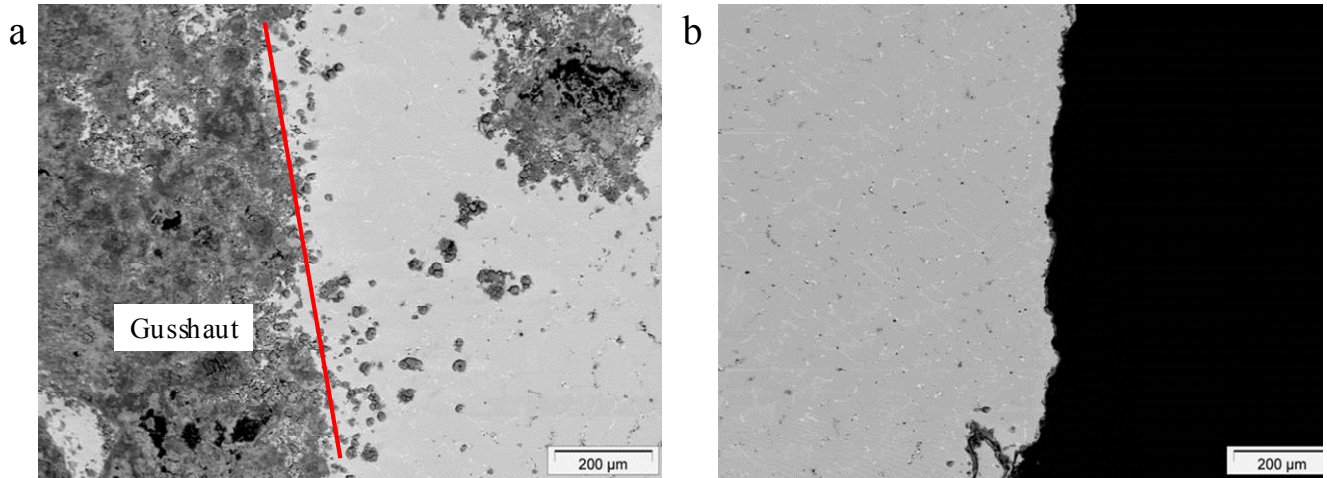
Luftseite



**Abbildung 280: Gefüge a) Gusszustand, b) nach Prüfstand**

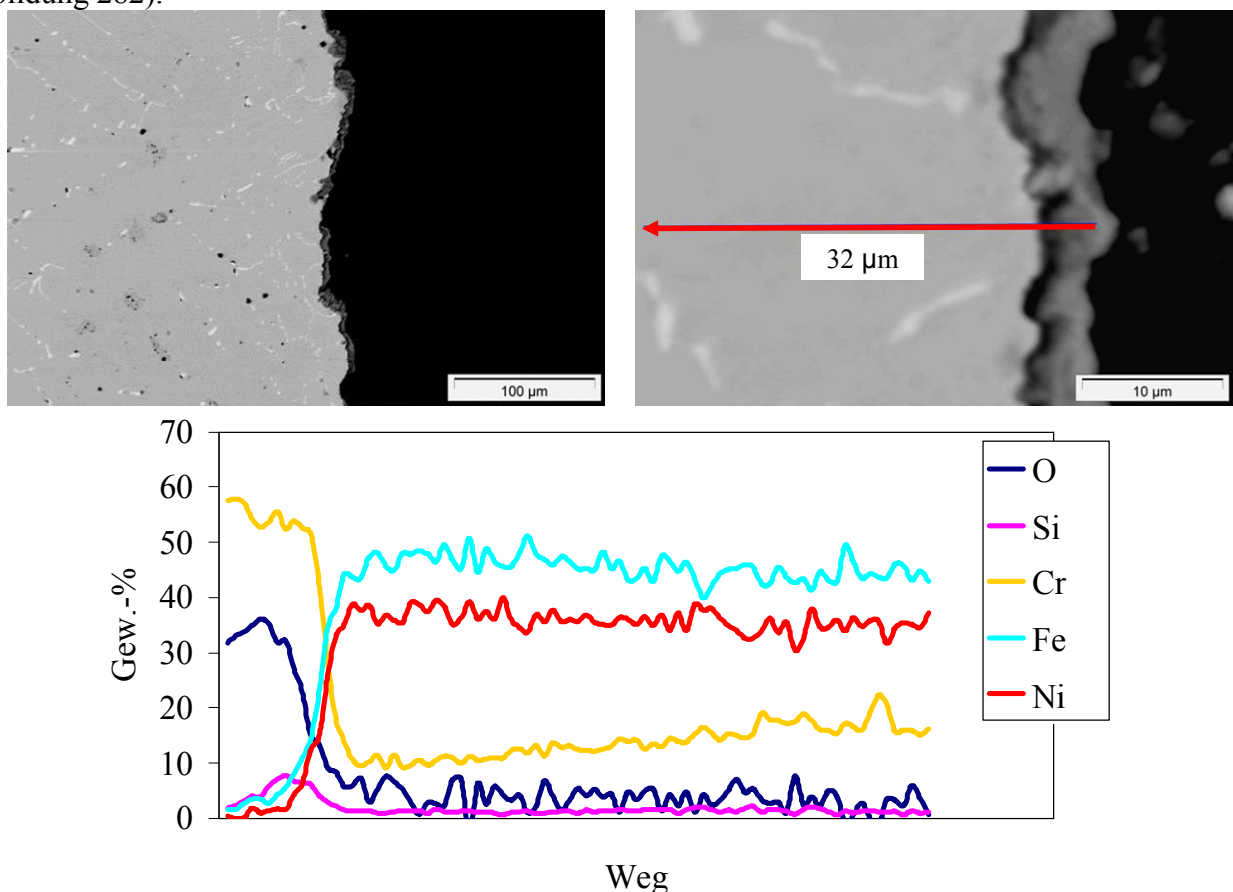


Abgas- und Luftseite mit den unterschiedlichen Oxidationsbedingungen sind in Abbildung 281 zu beobachten. In a) lässt sich aufgrund des gekrümmten Abgaskanals nicht erkennen, ob die dunklen Stellen Oxidationserscheinungen oder Rückstände der Gusshaut darstellen. Diese Untersuchung wird mit Hilfe des Zungenstücks erst später ermöglicht.



**Abbildung 281: REM Vergleich a) Abgasseite, b) Luftseite**

Um die Oxidschicht der Luftseite in b) näher zu untersuchen, wird eine EDX-Linienanalyse angewendet (Abbildung 282).



**Abbildung 282: REM / EDX Linienanalyse Luftseite**

Die Schicht besteht wie erwartet hauptsächlich aus Chromoxid. Außerdem ist im Anschluss eine zweite dünne Schicht erkennbar, die im Vergleich zur Matrix reicher an Silizium ist.

Zusätzlich wird eine EDX-Punktanalyse an der Turbinenwand durchgeführt. Wiederum können keine Daten zur Oxidschicht der Abgasseite abgebildet werden, da die Schicht in diesem Schliff nicht erkennbar ist (Tabelle 76). Dies kann wiederum mittels des anschließend betrachteten Zungenstücks näher untersucht werden.



Tabelle 76: EDX-Punktanalyse der Turbinenwand

Turbinenwand			
[Gew-%]	Abgasseite Matrix	Luftseite Matrix	Luftseite Oxidschicht
O	3,0	3,7	38,9
Si	1,4	1,7	7,7
Cr	<b>13,3</b>	<b>11,6</b>	46,4
Fe	44,3	44,3	3,7
Ni	37,0	37,4	1,3
Nb	1,0	1,4	2,0

Klar zu erkennen ist die Chromverarmung in der Matrix der Abgas- und Luftseite von ca. 19 auf ca. 11 bis 13 Gew.-%. Die Analyse zeigt einen deutlich erhöhten Sauerstoff-, Silizium- und Chromgehalt in der äußeren Oxidschicht. In der dem Abgas zugewandten Seite ist hier keine oder aber eine äußerst dünne Oxidschicht zu finden.

Um speziell das Innere des Gehäuses näher zu beurteilen, werden die Oxidschichten anhand einer entnommenen Probe im Bereich der Zunge (Abbildung 283) analysiert. Hier wird zwischen dem Bereich des Zungenrisses und der Grenzfläche zwischen Abgas und Bauteil unterschieden.

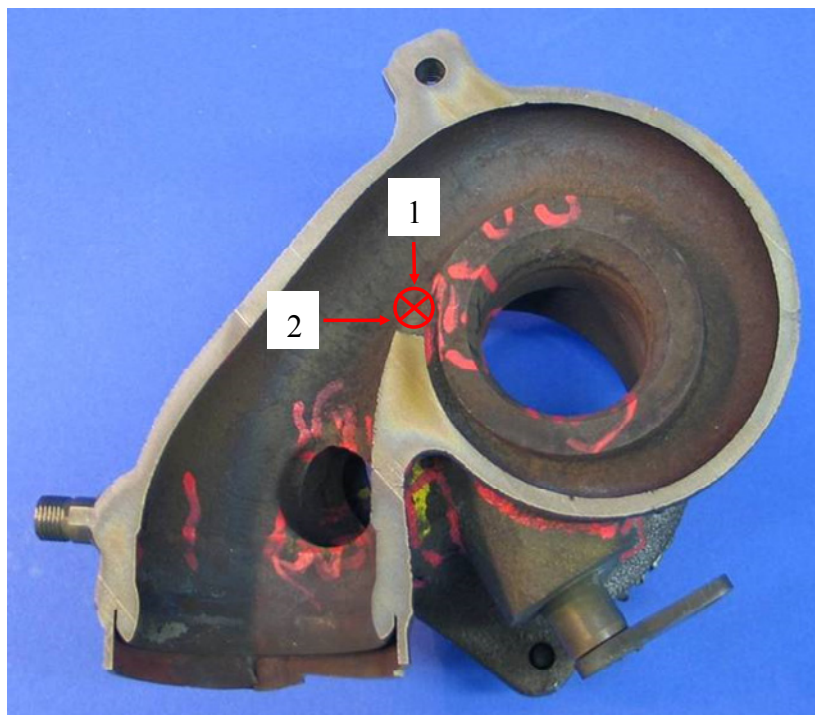
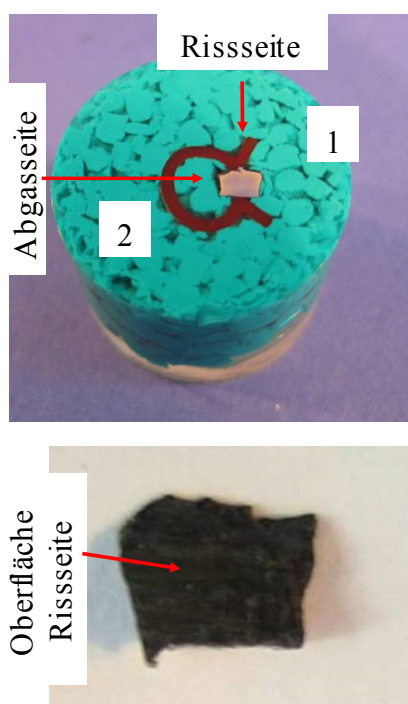


Abbildung 283: Übersicht Zungenstück

REM und EDX-Linienanalyse der Abgasrandschicht sind in Abbildung 284 dargestellt. Bei a) ist unmittelbar nach der Chromoxidschicht ein deutlicher Anstieg von Silizium zu beobachten. Außerdem sind Chromausscheidungen in b) zu sehen.

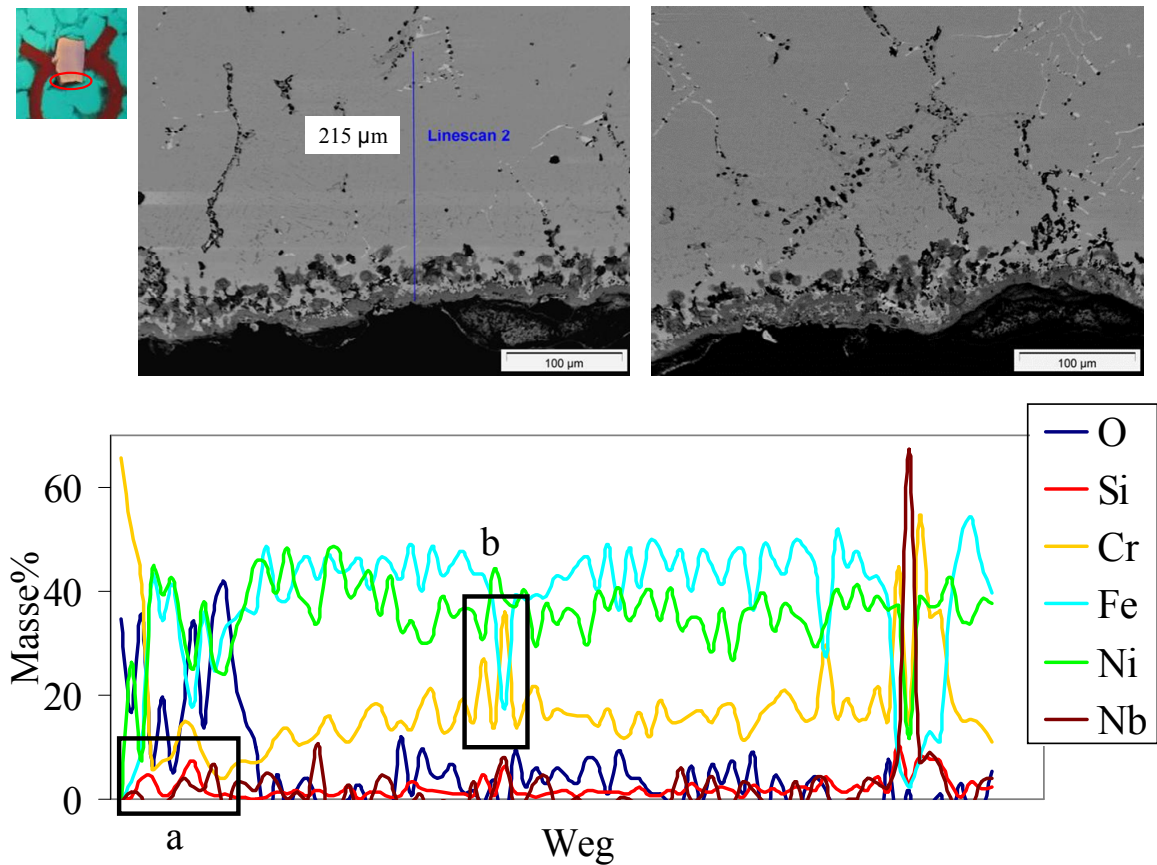


Abbildung 284: REM / EDX Zungenstück Bereich Abgas

Ein ca. 200 µm dicker Oxidsaum unterschiedlicher Dichte und Ausprägung im Riss selbst ist zu beobachten, der zu hohen inneren Spannungen verbunden mit einem weiteren Rissfortschritt führt (Abbildung 285).

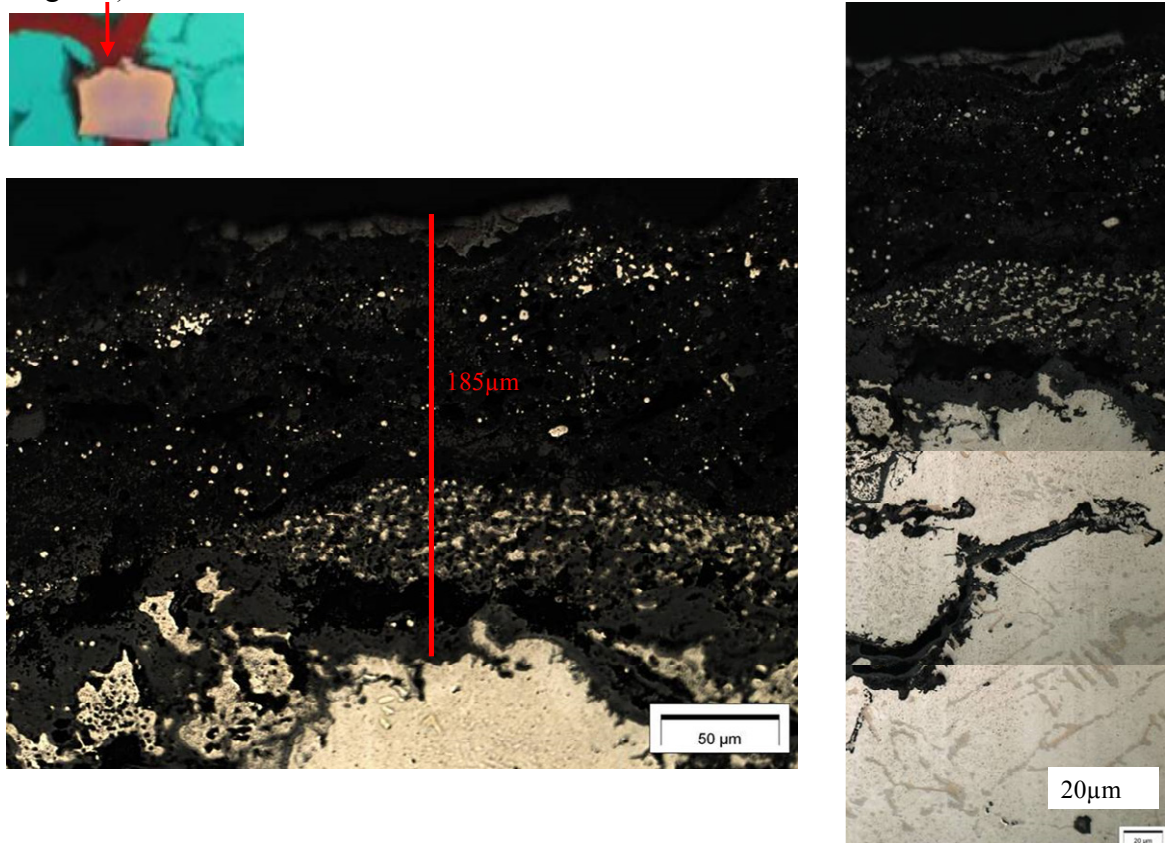


Abbildung 285: Oxidsaum im Riss

In Abbildung 286 ist die Randschicht im Riss mittels REM dargestellt. Während abgasseitig eine ca. 50-100  $\mu\text{m}$  dicke Oxidschicht zu sehen ist, kann im Riss von einer über 300  $\mu\text{m}$  dicken Schicht ausgegangen werden.

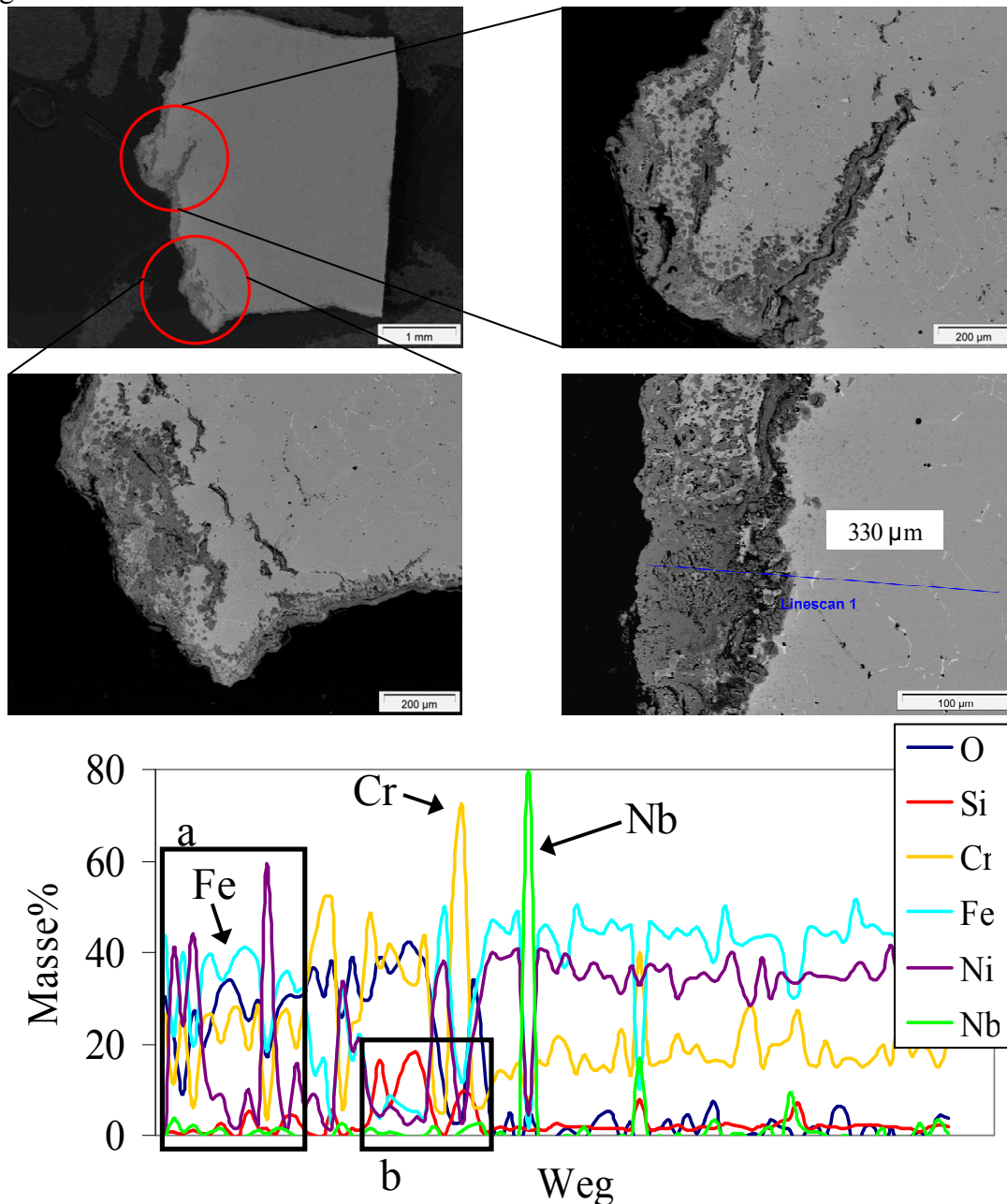


Abbildung 286: REM / EDX Zungenstück Rissbereich

Der Rand der Oxidschicht (a) ist sehr eisenreich. Nickelreiche und chromreiche Schichten wechseln sich ab. Zusätzlich sind Chromausscheidungen zu finden. Siliziumoxid tritt in b) in konzentrierter Form auf. In den Bereichen nahe den Oxidschichten sind ausgeprägte Niob-Karbide zu finden, die im REM hell erscheinen (Abbildung 287). Am Rand dieser Ausscheidungen ist ein Chromanstieg zu beobachten, was darauf schließen lässt, dass die Niob-Karbide von Chrom-Karbiden umschlossen sind. Dies wurde in TEM-Untersuchungen bestätigt. In beiden Partikeln ist sehr wenig Eisen zu finden. Nickel ist eher in den Chrom-Ausscheidungen vorhanden.



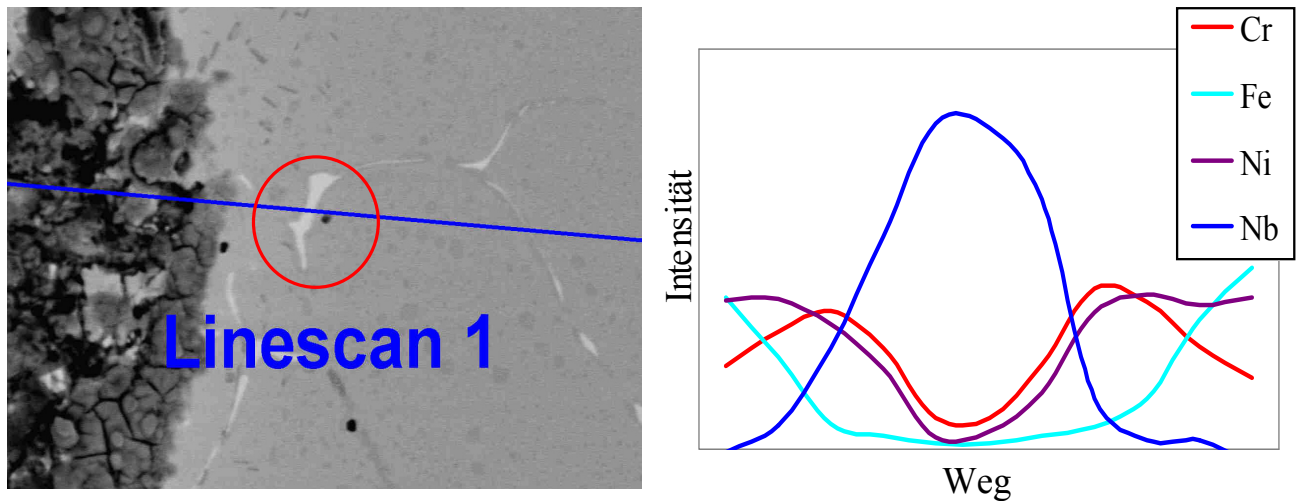


Abbildung 287: Niobausscheidung

Tabelle 77 führt die durch die Punktanalyse ermittelten Werte an den verschiedenen Stellen des Schliffes auf. Hier ist in der Oxidschicht der Risseite ein sehr hoher Anteil an Eisenoxid zu finden, während in der Schicht der Abgasseite ein hoher Anteil an Nickel auftritt. In der Nähe der Oxidschichten steigt jeweils der Chromgehalt.

Tabelle 77: EDX-Punktanalyse des Zungenstücks

Zungenstück					
[Gew.-%]	Risseite Oxidchicht	Risseite Matrix	Matrix	Abgasseite Matrix	Abgasseite Oxidchicht
O	28,5	2,1	-	-	21,5
Si	1,6	2	2,5	2	1,2
Cr	22,8	18,5	19,4	24,6	29,3
Fe	<b>28,2</b>	42,1	41,6	37,8	3,1
Ni	16,3	35	35	34,1	<b>40,6</b>
Nb	-	-	1,5	-	-

Von dem Zungenstück werden in Abbildung 288 Oberflächenbilder der Oxidschicht im Riss in unterschiedlichen Vergrößerungen dargestellt. Die auftretenden Oxide sind knollenförmig und in stark unterschiedlichen Dicken ausgebildet.

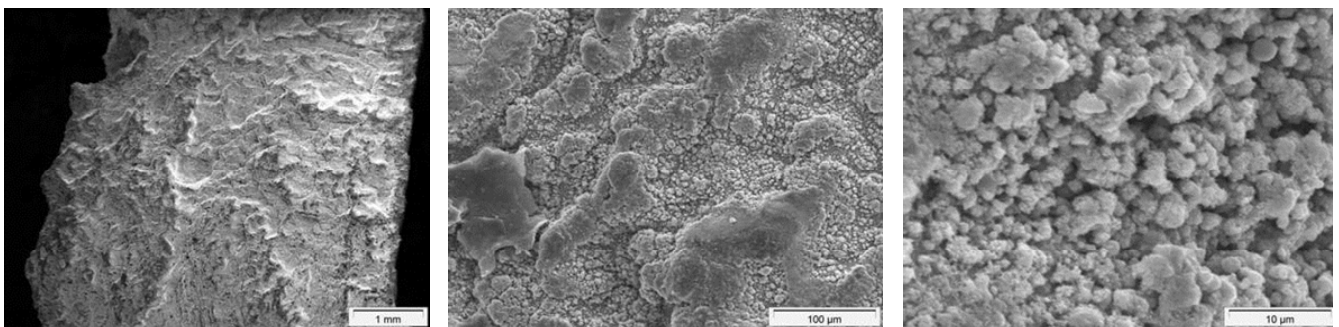
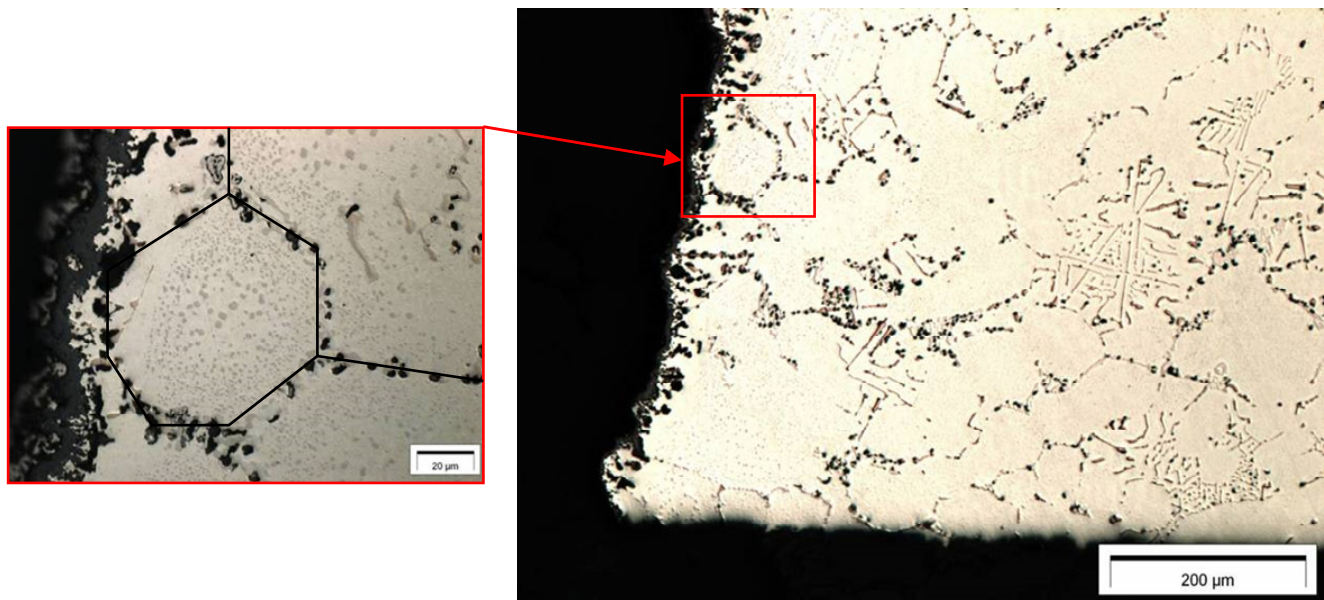


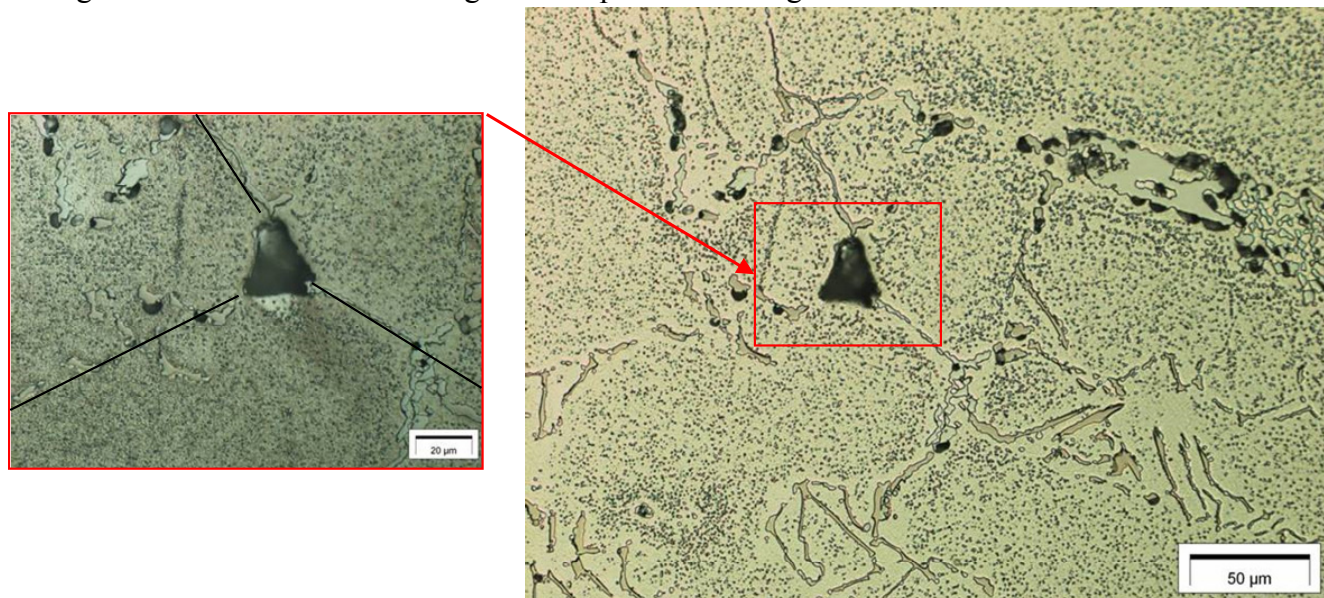
Abbildung 288: REM Oxidfläche, unpräparierte Oberfläche des Risses

In den bereits beschriebenen Schliffen des Gefüges nach Prüfstandsläufen können auch die beiden in der Literatur beschriebenen Typen von Poren gefunden werden [Bürgel 06]. Im Schliffbild in Abbildung 289 sind deutlich Kavernenporen zu erkennen.



**Abbildung 289: Kavernenporen im Schliff**

Im Gegensatz dazu sind in Abbildung 290 Keilporen im Gefüge zu sehen.



**Abbildung 290: Keilporen im Schliff**

Diese Arten von Poren entstehen durch Diffusionsprozesse in temperaturbeaufschlagten und mechanisch belasteten Proben bzw. Bauteilen, und können als Ausgangsstellen für interkristalline Risse dienen. Diese Fehlstellen weisen eine große optische Ähnlichkeit zu sogenannten Kriechporen auf.

In Abbildung 291 wird ein Schliff im Bereich des Risses in der Zunge parallel zur Oberfläche der Gusshaut entnommen. Die Oxidation im Inneren des Risses verhindert ein Schließen desselben und bildet durch weitere Oxidbildung starke Kerbkkräfte, die diesen weiter ins Gefüge wachsen lassen.



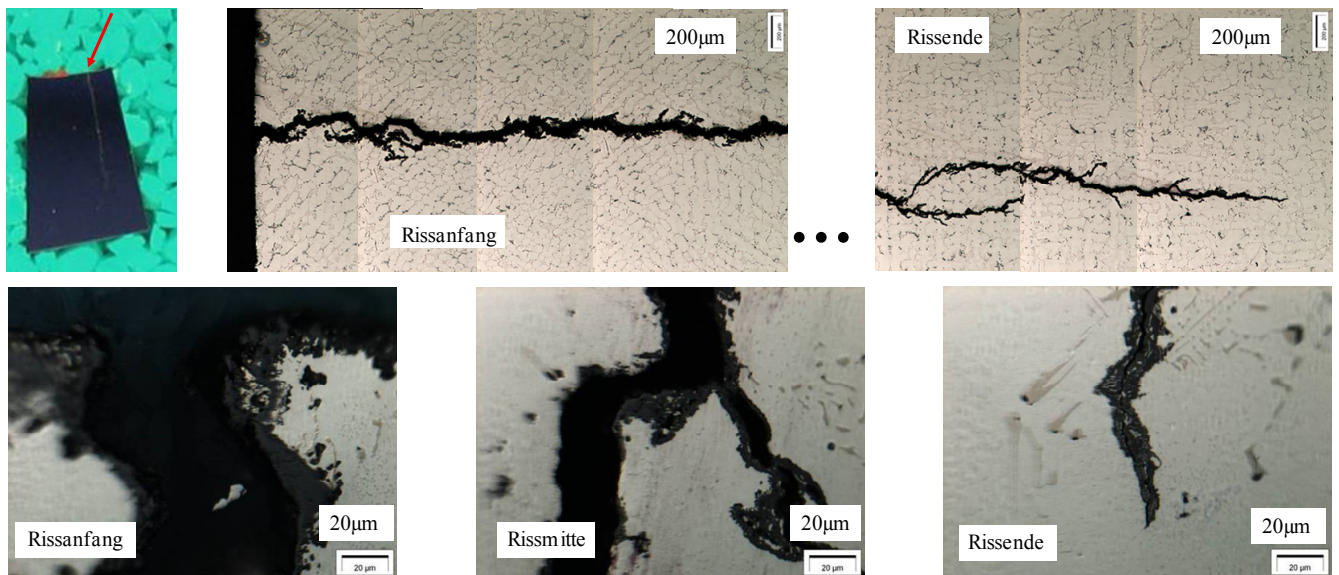


Abbildung 291: Riss im Bereich Zunge

Mittels Ätzung kann bei D11 zusätzlich die Bildung von Delta-Ferrit (Abbildung 292) im Betrieb nachgewiesen werden. Dieser gelblich gefärbte Gefügebestandteil lagert sich an den Dendritengrenzen an. Die Gefügeveränderung bewirkt eine Versprödung des interdendritischen Bereichs und schwächt somit die Matrix.

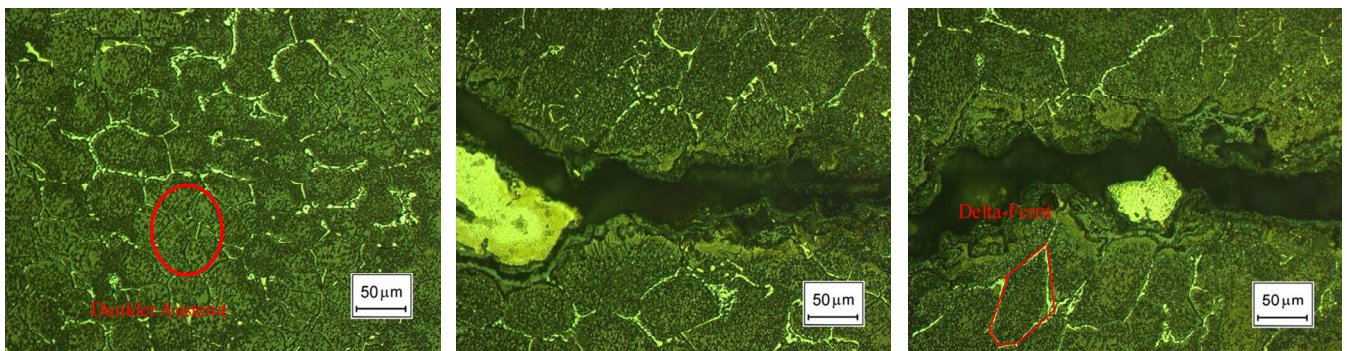


Abbildung 292: Ätzung Lichtenegger und Bloch

Wie in Abbildung 293 ersichtlich, folgen die Risse in vielen Fällen dem Verlauf der Korngrenzen. Die Probe ist ca. 30 min mit Adler-Lösung geätzt. Besonders auf der Innenseite dieses Bauteils korreliert ein Großteil der Risse mit den Korngrenzen (a). Deutliche Körner zeichnen sich in b) im Schnitt durch das Bauteil ab.



Abbildung 293: Betrachtung Riss – Körner



Mit dieser Methode können Mechanismen zur Rissentstehung näher untersucht werden.

Allgemein lässt sich keine Vergröberung des Gefüges bei Temperaturbeanspruchung feststellen. Jedoch können kleine, neu gebildete Ausscheidung innerhalb der Dendriten und die Bildung von Poren beobachtet werden. In den Randbereichen konnte die Auflösung von Karbiden in Kombination mit Oxidationsprozessen aufgezeigt werden.

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Die Anforderung an einen Werkstoff für den Einsatz im Gehäuse der motornahen Seite eines Turboladers ist in erster Linie die Temperaturbeständigkeit bis zur maximalen Anwendungstemperatur von 1050°C. Die wichtigsten Schädigungsmechanismen im Betrieb sind entsprechend Kriechen, Ermüdung und Oxidation. Für einen Serienherstellungsprozess dieser Bauteile sind Schmelzen im Induktionsofen, Formtechnik, Gießbarkeit im Niederdruckverfahren, Zerspanbarkeit, Schweißbarkeit und auch die Materialkosten wichtige Faktoren, mit deren Hilfe eine geeignete Legierung ausgewählt werden muss, um ein Turboladergehäuse mit angeschweißten Krümmer fertigen zu können; von der Schmelze bis zum fertigen Bauteil (Abbildung 294).

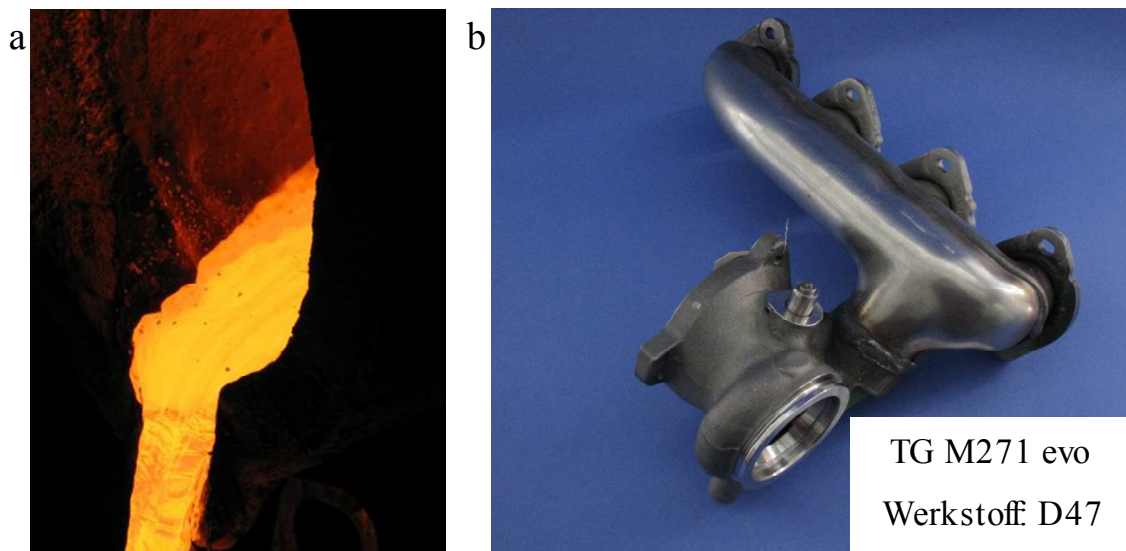


Abbildung 294: D47 von a) Schmelze bis b) zum fertigen Bauteil M271evo

Nach der Auswahl der Charakterisierungsmethoden von Gefüge und Phasen, der mechanischen Eigenschaften und des Oxidationsverhaltens können die Stärken der austenitischen Werkstoffe bezüglich Oxidationsbeständigkeit, Thermoschockverhalten, Hochtemperaturfestigkeit und Kriechbeständigkeit vergleichend dargestellt werden. Die untersuchten Nichtaustenite und Sonderstähle können aufgrund der ungenügenden Temperaturbeständigkeit bzw. der hohen Kosten ausgeschlossen werden. Die dargestellten und detailliert untersuchten Legierungselemente bestimmen den Bauplan des hier entwickelten Werkstoffs und gewährleisten ein vollaustenitisches karbidverstärktes Gefüge.

Durch die Verwendung des neuen Werkstoffs D47 (GX30NiCrSiWNbN12-23) kann durch die Nickelreduktion von ca. 36 Gew.-% bei D11 (GX40NiCrSiNb38-19) auf ca. 11,5 Gew.-% bei D47 und mit einem Bauteilgewicht von ca. 3,5 kg beim M271evo eine Kostensenkung zwischen ca. 12 € (bei einem Nickelpreis von 14 €/kg) bis ca. 34 € (bei einem Nickelpreis von 40 €/kg) pro Bauteil erreicht werden. Die Auswirkung der Kursschwankungen, die seit Mai 2007 bis zu 35 € pro kg Nickel betragen, werden somit deutlich vermindert (Abbildung 295).

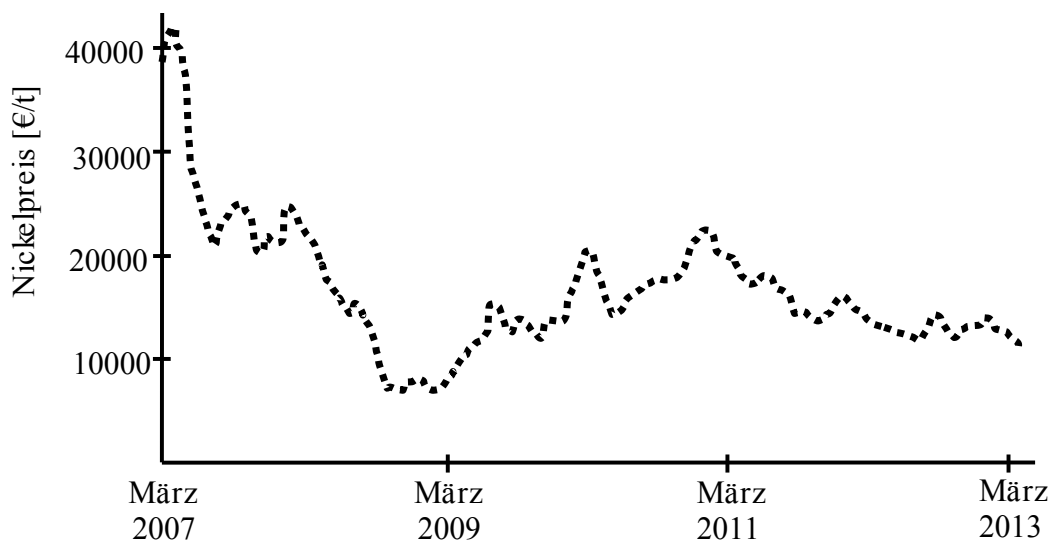


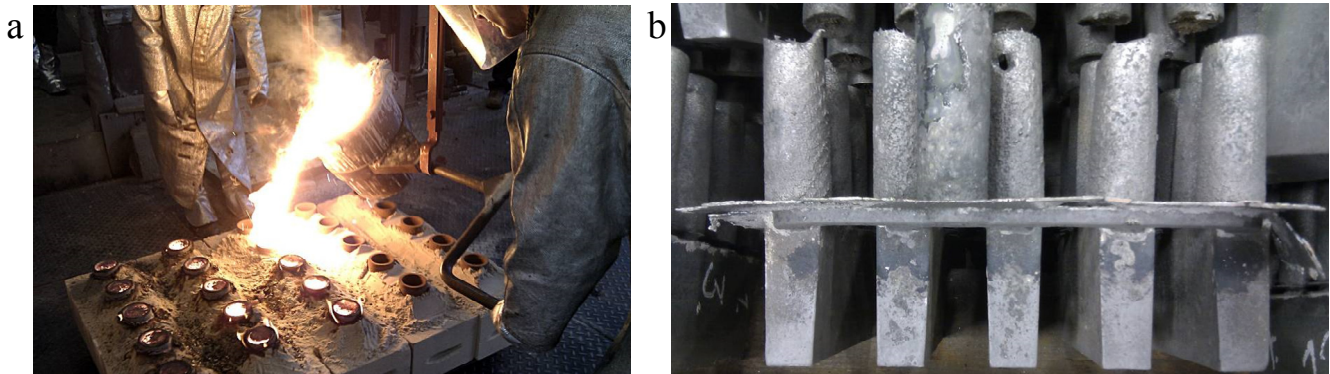
Abbildung 295: Volatilität Nickelkosten nach [LME 13]

Eine genaue, endgültige Kostenkalkulation des gesamten Prozesses als weiterführende Untersuchung kann vorgenommen werden, wenn auch Elemente wie Niob, Wolfram, Chrom und Stickstoff berücksichtigt werden. Da der Niobgehalt gesenkt und der Wolframgehalt angehoben wird, können die Rohstoffkosten neutral gehalten werden. Die Notwendigkeit von Chrom-Stickstoff-Eisen als Vorlegierung wirkt sich negativ auf den Preis aus und verringert den Vorteil der Nickelerparnis geringfügig. Bei der Fertigung von Serienbauteilen sind weiterhin auch Faktoren wie Stückzahl und Zerspanungskosten in diese Rechnung mit einzubeziehen.

Um die positiven Eigenschaften des hohen Nickelgehaltes bezüglich *Hochtemperaturbeständigkeit* bei D11 zu *kompensieren*, ist es bei D47 notwendig, weitere Legierungselemente *beizugeben* und andere Elemente in ihrem prozentualen Anteil genau *festzulegen* bzw. *einzuschränken*. Kohlenstoff dient der Austenitstabilisierung und bildet mit ca. 0,3 Gew.-% ausreichend Karbide, um die erforderliche Festigkeit auch bei hohen Temperaturen zu gewährleisten. Als Hauptlegierungselement kommt Chrom mit min. 23 Gew.-% zum Einsatz. Dies garantiert bei den vorherrschenden Temperaturen die nötige Oxidationsbeständigkeit und verbessert die Festigkeit sowohl durch Einlagerung ins Grundgefüge als auch durch Karbidbildung. Auch Nickel trägt zur Oxidationsbeständigkeit durch eine Stabilisierung der sich bei Temperatureinfluss bildenden Oxidschicht und zur Hochtemperaturfestigkeit durch Matrixeinlagerung bei. Um die Kosten möglichst niedrig zu halten und dennoch eine ausreichende Austenitstabilisierung zu ermöglichen werden min. 11,5 Gew.-% zugegeben. Stickstoff stabilisiert das austenitische Gefüge mit min. 0,25 Gew.-%. Das Element erhöht zusätzlich die Festigkeit durch interstitielle Einlagerung ins Matrix-Gefüge und durch Anreicherung innerhalb der Niobkarbide. Silizium verbessert die Oxidationsbeständigkeit, verschlechtert jedoch die Kriechbeständigkeit und wird deshalb auf max. 1,2 Gew.-% begrenzt. Als wichtigstes karbidbildendes Element wird Niob mit 0,3 bis 1 Gew.-% verwendet. Wolfram mit ca. 1 Gew.-% lagert sich vor allem ins Austenitgitter festigkeitssteigernd ein und erhöht insbesondere die Kriechbeständigkeit deutlich. Mangan ist in Einsatzstoffen als Begleitelement vorhanden. Für eine ausreichende Oxidationsbeständigkeit wird der Mangangehalt auf max. 0,15 Gew.-% begrenzt. Bei Aluminium, Cer, Yttrium, Zirkon und Vanadium überwiegen Nachteile wie Schlackebildung, Abbrand und Versprödung. Deshalb werden diese Elemente nicht zugegeben. Phosphor bzw. Schwefel als Stahlschädlinge sollten den Gehalt von 0,04 respektive 0,009 Gew.-% nicht überschreiten. Nur durch die Kombination aller Untersuchungen, von der Auswertung der Schlibfbilder, der Gegenüberstellung der Festigkeit, des Oxidationsverhaltens, der Prüfstandsversuche usw. kann eine Legierung für die Verwendbarkeit in diesem Bauteil beurteilt und als geeignet eingestuft werden. Vom Schmelzen der Ausgangsmaterialien bis zum fertigen Produkt konnten alle Prozessschritte positiv erprobt werden.

Sowohl D11 als auch D47 sind mittels Metall-Aktiv-Gas (MAG) und Wolfram-Inert-Gas (WIG) schweißbar. Der Krümmer wird mit MAG gasdicht und temperaturstabil an das Gehäuse gefügt. Eigene Erfahrungen zeigen, dass für das Reparaturschweißen von Fehlstellen besonders WIG mit einer Drahtelektrode aus NiFeCrNb19-19 geeignet ist.

Zerspanungsversuche dieses neuen Werkstoffes werden zuerst an Barrenproben (Abbildung 296) und dann an Turbinengehäuse vorgenommen. Vor allem der erhöhte Stickstoffgehalt führt einerseits zur Steigerung der Zähigkeit und andererseits zur Bildung von hochfesten Ausscheidungen, die eine Anpassung der Bearbeitung bezüglich Schnittgeschwindigkeit, Vorschub und Art bzw. Beschichtung der verwendeten Schneidplatten bzw. Bohrer nötig machen.

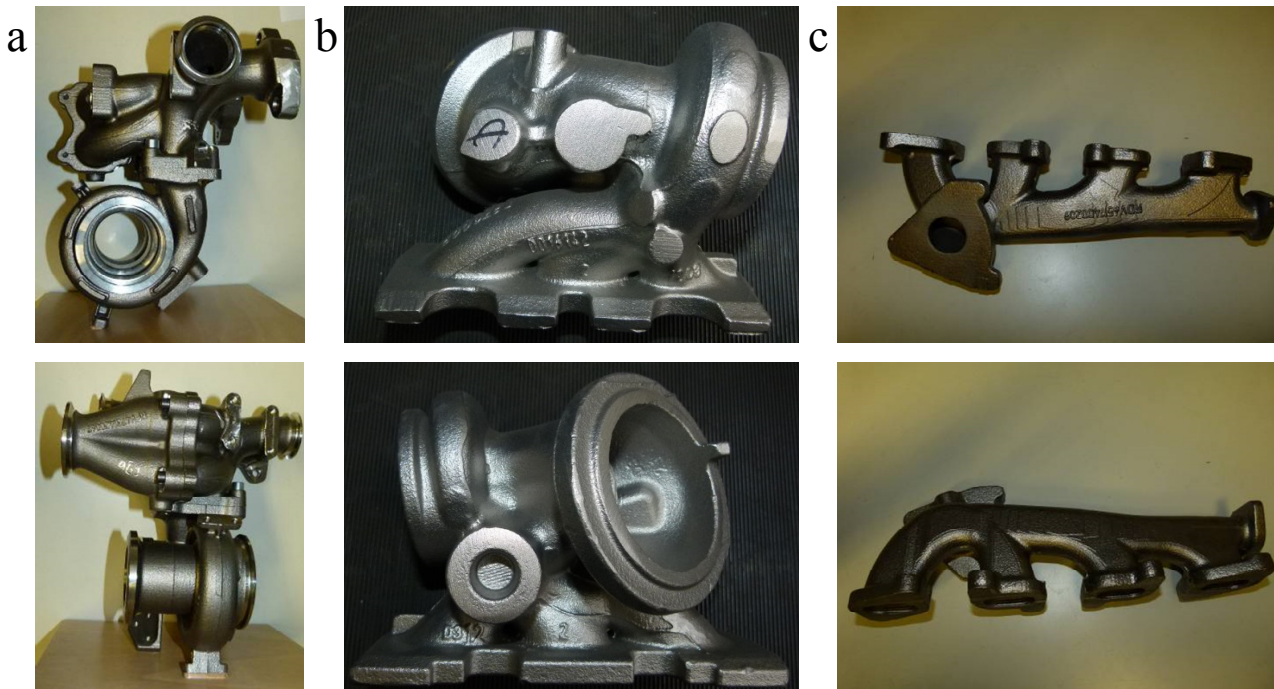


**Abbildung 296: D11 Barren a) Herstellung, b) Proben**

Erste Ergebnisse aus Kerbschlagbiegeversuchen ergeben, dass der Werkstoff D47 eine um ca. 20% höhere Zähigkeit im Vergleich zu D11 besitzt.

Die endgültige Verifizierung der in dieser Arbeit entwickelten Legierung stellen die positiven Dauerläufe auf verschiedenen Motorprüfständen und insbesondere in Taxis mit dem Motor M271evo mit einer maximalen Laufleistung von ca. 80000 km dar. Sowohl Rissverhalten als auch Oxidationsbeständigkeit werden als vergleichbar mit den bereits im Einsatz befindlichen Bauteilen aus GX40NiCrSiNb38-19 eingestuft. Dadurch ist die Möglichkeit gegeben, den hier entwickelten Werkstoff weiter für die Tauglichkeit eines Einsatzes in Serie zu untersuchen, was im nächsten Schritt zum Abguss einer Kleinserie von ca. 30000 M271 Turbinengehäusen aus diesem neuen Werkstoff D47 (GX30NiCrSiWNbN12-23) führt.

Als Ausblick sind weitere Bauteile aus diesem Werkstoff aufgeführt. In Abbildung 297 a) ist ein Turboladergehäuse mit angeschraubtem Krümmer für Diesel-Nutzfahrzeuge, in b) ein TG für PKW Benzin V6-Motoren und in c) ein Krümmer für PKW Diesel 4-Zylinder Motoren zu sehen.



**Abbildung 297: Prototypen a) Turbolader und Krümmer für Diesel-Nutzfahrzeuge, b) integrierter Turbolader und Krümmer für 6-Zylinder Otto-Motoren, c) Krümmer für Diesel-Motoren**



Erste Prototypen wie Abbildung 297 c) werden oft mittels Schwerkraftgiessen aus der Pfanne realisiert (Abbildung 298). Hierbei ist jedoch die Gefahr der Schlackeeinbringung ins Gussteil zu beachten.



**Abbildung 298: Schwerkraftgiessen Krümmer-Prototypen D47**

Die Untersuchungen und Erkenntnisse zeigen, dass dieser neu entwickelte Werkstoff auch bei Fahrzeugen mit Diesel-Motoren seine Anwendung finden könnte. Im Vergleich zu D5S, GJS-SiMo und ferritischen Werkstoffen zeigt sich eine deutliche Überlegenheit der mechanischen Kennwerte und der Oxidationsbeständigkeit bei Temperaturen größer 850°C. Die Erhöhung der Festigkeiten ermöglicht eine Reduzierung der Wandstärke, was zu einer Verringerung des Gewichts führt. Dies wirkt sich wiederum positiv auf die Kosten aus. Auch Synergieeffekte hinsichtlich Herstellungskosten durch gleiche Materialien in Otto- und Diesel-Motoren sind somit darstellbar.

Während der umfangreichen Untersuchungen in dieser Arbeit sind zahlreiche weitere Fragestellungen aufgetreten. In diesem Rahmen war es nicht möglich, genau zu klären, wie Reaktionen der Schmelze mit dem Formstoff bzw. der Schlichte die Gasbildung und somit eventuelle Gießfehler beeinflussen. Definierte Versuche zum Speisungsverhalten und zur Schmelzfolge von hochstickstoffhaltigen Werkstoffen konnten nicht ausreichend durchgeführt werden. Auch der Einfluss von Seltenen Erden auf die Oxidationsbeständigkeit wurde nicht im Detail untersucht. Die Verbesserung der Bearbeitbarkeit durch z.B. eine Wolframreduzierung bzw. weitere Untersuchungen in Hinsicht auf Nitridbildung sind Themen für weiterführende Arbeiten. Härtungsmechanismen wie Hornbogen *et al.* [06] beschreiben und Wärmebehandlungen [Shingledecker 07] wurden nicht betrachtet und stellen weitere interessante Forschungsthemen dar.



## Literaturverzeichnis

- [ASTM E1876] ASTM E1876, *Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration*, ASTM International, 2009.
- [ASM92] ASM Handbook, Mechanical Testing Volume 8, Fourth printing, ASM international, The Materials Information Society, 1992.
- [ABAQUS a] ABAQUS, *ABAQUS Analysis User's Manual*, Dassault Systèmes **6.8**, USA.
- [ABAQUS b] ABAQUS, *ABAQUS Theory Manual*, Dassault Systèmes **6.8**, USA.
- [Ambos 92] E. Ambos, R. Hartmann, H. Lichtenberg, *Fertigungsgerechtes Gestalten von Gussstücken*, Hoppenstedt Technik Tabellen Verlag, Darmstadt, 1992.
- [Ashby 72] M.F. Ashby, *A first report on deformation-mechanism maps*, Acta Metall. **20** (1972) 887-897.
- [Bannykh 06] O.A. Bannykh, V.M. Blinow, M.V. Kostina, E.V. Blino, *Nickel Saving in a 0Kh17N12M2-Type (AISI 316) Steel due to Nitrogen Alloying*, Russian Metallurgy **5** (2006), 372-378.
- [Balzer 00] Balzer, Ehlert, Haslinger, Heuberger, Jaganosch, Lindemann, K. Nusser, P. Nusser, Perner, Runtsch, Scheele, *Handbuch der Kfz-Technik, Band 1: Motor und Kraftübertragung*, 1. Auflage, Kieser Verlag, Neusäß, 2000.
- [Bargel 08] Bargel, Schulze, *Werkstoffkunde*, 10. Auflage, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2008.
- [Becker 89] Becker, Borges, *Nichtrostende Stähle*, Stahleisen, 2. Auflage, Düsseldorf, 1989.
- [Berns 08] H. Berns, W. Theisen, *Eisenwerkstoffe - Stahl und Gusseisen*, Springer, 2008.
- [Bibus 12] [http://www.bibusmetals.ch/pdf/lme\\_nickel\\_d.pdf](http://www.bibusmetals.ch/pdf/lme_nickel_d.pdf), BIBUS METALS AG, 2012
- [Basshuysen 07] R. Basshuysen, F. Schäfer, *Handbuch Verbrennungsmotor: Grundlagen, Systeme, Perspektiven*, Vieweg+Teubner, 4. Auflage, 2007.
- [Bürgel 05] R. Bürgel, *Festigkeitslehre und Werkstoffmechanik 1: Lehr- und Übungsbuch Festigkeitslehre*, Band 1, Vieweg +Teuber, 2005
- [Bürgel 06] R. Bürgel, *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik: Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, Hochtemperaturlegierungen und -beschichtungen*, 3. Auflage, Vieweg+Teubner, 2006.
- [Campbell 03] J. Campbell, *Castings*, Butterworth Heinemann, 2003.
- [Chemikerausschuss 09] Chemikerausschuss des Stahlinstitut VDEh, *Handbuch für das Eisenhüttenlaboratorium: Grundlagen und Methoden*, Band 1, Verlag Stahleisen, Düsseldorf, 2009.
- [Chen 03] S.-L. Chen, F. Zhang, F.-Y. Xie, D. Daniel, X.-Y. Yan, Y.A. Chang, R. Schmid-Fetzer, W.A. Oates, *Calculating phase diagrams using Pandat and panengine*, JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society, **55 (12)** (2003), 48-51.
- [Chun 07] C.M. Chun, G. Bhargava, T.A. Ramanarayanan, *Metal Dusting Corrosion of Nickel-Based Alloys*, ECS Transactions **3 (14)** (2007), 43-57.
- [Computherm 09] Computherm, *PanIron*, <http://www.computherm.com/databases.html>, 2009.
- [Cunat 04] P.J. Cunat, *Alloying Elements in Stainless Steel and Other Chromium-Containing Alloys*, International Chromium Development Association, Euro Inox (2004).
- [Czichos 07] H. Czichos, M. Hennecke, *Hütte. Das Ingenieurwissen*, Springer, Berlin, 2007.
- [Dantzig 08] J. Dantzig, M. Rappaz, *Solidification*, EPFL Press, 2008.



- [Danzner 88] R. Danzer, *Lebensdauerprognose hochfester metallischer Werkstoffe im Bereich hoher Temperaturen*, Gebrüder Borntraeger, Berlin, Stuttgart, 1988.
- [Degner 07] M. Degner, R. Fandrich, G. Endemann, J.T. Ghenda, K. Letz, H.B. Lungen, I. Steller, H.J. Wieland, A. Winkhold, R. Bartos. R. Winkelgrund, *StahlFibel*, Verlag Stahleisen, 2007.
- [Dilthey 05] U. Dilthey, *Schweisstechnische Fertigungsverfahren 2: Verhalten der Werkstoffe beim Schweißen*, 3. Auflage, Springer, 2005
- [Eggert 05] F. Eggert, *Standardfreie Elektronenstrahlmikroanalyse*, Verl. Books on Demand, 2005.
- [Fahrenwaldt 06] H.J. Fahrenwaldt, V. Schuler, *Praxiswissen Schweißtechnik: Werkstoffe Prozesse, Fertigung*, 2. Auflage, Vieweg & Sohn Verlag, Wiesbaden, 2006.
- [Flegler 95] S.L. Flegler, J.W. Heckman, K.L. Klomparens, *Elektronenmikroskopie: Grundlagen, Methoden, Anwendungen*, Spektrum Akademischer Verlag, 1995.
- [Flemming 93] E. Flemming, W. Tilch, *Formstoffe und Formverfahren*, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1993.
- [Frommeyer 06] G. Frommeyer, W. Kowalski, R. Rablbauer, *Structural Superplasticity on a Fine-Grained Eutectic Intermetallic NiAl-Cr Alloy*, Metallurgical and Materials Transactions **37A** (2006), 3511-3517.
- [Gobrecht 09] J. Gobrecht, *Werkstofftechnik – Metalle*; 3. Auflage, Oldenbourg, 2009.
- [Gottstein 10] Gottstein, *Plädoyer für die Metallkunde*, Institut für Metallkunde und Metallphysik, RWTH Aachen, DGM aktuell **12 (4)** (2010).
- [Grabke 86] H.J. Grabke, D. Janke, *Einfluß der Begleitelemente auf die Eigenschaften von Stahl, metallurgische Verfahren zur Entfernung der Begleitelemente aus Stahlschmelzen*, Forschungsbericht T86-067, Technologische Forschung und Entwicklung, Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Düsseldorf, 1986.
- [Gruner 92] W. Gruner, A. John, *Determination of oxygen in solids using a modified carrier gas-hot extraction method*, Fresenius Journal of Analytical Chemistry **342** (1992), 51-53.
- [Gruner 02] W. Gruner, *Trägergas-Heißextraktionsmethoden: Probleme bei der Sauerstoff, Stickstoff, Kohlenstoff- und Schwefel-Analytik*, Erzmetall **55 (3)** (2002), 151-157.
- [Ha 99] Joseph Ha u.a., *Simulation of die filling in gravity die casting using SPH and Magmasoft*, CSIRO, Melbourne, Australia, 1999.
- [Habermann 99] K. Habermann, *Untersuchungen zum Brennverfahren hochaufgeladener PKW-Ottomotoren*, Dissertation, RWTH Aachen, 1999.
- [Hasse 96] S. Hasse, *Duktiles Gusseisen*, Schiele & Schön, Berlin, 1996.
- [Hasse 99] S. Hasse, *Guß- und Gefügefehler*, Schiele & Schön, Berlin, 1999.
- [Hack 03] G. Hack, G.I. Langkabel, *Turbo- und Kompressionsmotoren: Entwicklung und Technik*, 3. Auflage, Motorbuchverlag, 2003.
- [Heine 03] B. Heine, *Werkstoffprüfung: Ermittlung von Werkstoffeigenschaften*, Fachbuchverlag Leipzig, 2003.
- [Hemminger 89] W.F. Hemminger, H K. Cammenga, *Methoden der Thermischen Analyse*, Springer, Berlin, 1989.
- [Herfurth 03] K. Herfurth, N. Ketscher, M. Köhler, *Gießerei Kompakt, Werkstoffe, Verfahren, Anwendungen*, VDG Verein Deutscher Gießereifachleute e. V., Düsseldorf, 2003.
- [Hornbogen 06] E. Hornbogen, H. Warlimont, *Metalle: Struktur und Eigenschaften der Metalle und Legierungen*, 5. Auflage, Springer, Heidelberg, 2006.

- [Kallen 01] W. Kallen, K. Röhrig: *Hochleistungsfähige Gußwerkstoffe für Abgaskrümmern und Turbolader-Turbinengehäuse*, konstruieren + gießen **26 (4)** (2001), 17-39.
- [Kim 00] I. Kim, W.D. Cho, H.J. Kim, *High-temperature oxidation of Fe<sub>3</sub>Al containing yttrium*, Journal of materials science **35** (2000) 4695-4703.
- [Klemm 08] D. Klemm, *Analyse dünner Schichten mit der optischen Glimmentladungsspektroskopie*, Dissertation, TU Dresden, 2008.
- [Koch 52] W. Koch, *Mikroanalytische Aufgaben in Metallkunde und Metallurgie*, Angew.Chem. **64 (7)** (1952), 187-195.
- [Krupp 99] Krupp VDM, *Hochtemperaturwerkstoffe der Krupp VDM für den Anlagenbau*, VDM Report **25** (1999).
- [Kunze 01] E. Kunze, *Korrosion und Korrosionsschutz: Band 1*, 1. Auflage, Wiley-VCH Verlag, 2001.
- [Kutz 05] M. Kutz, *Handbook of Environmental Degradation of Materials*, William Andrew Publishing, 2005.
- [Lange 11] G. Lange, *Systematische Beurteilung technischer Schadensfälle*, 5. Auflage, WILEY-VCH, 2011.
- [Llewellyn 98] D.T. Llewellyn, *Steels: Metallurgy & Application*, 3<sup>rd</sup> ed., Butterworth-Heinemann, Oxford, 1998.
- [Liesenberg 92] Liesenberg, Wittekopf, *Stahlguss und Gusseisenlegierungen*, deutscher Verlag für Grundstoffindustrie GmbH, Leipzig, 1992.
- [Lippe 01] P. Lippe, *Entwicklung und Erprobung einer Niederdruck-Gießeinrichtung für Eisen-Kohlenstoff-Legierungen und Untersuchungen zur gesteuerten Formfüllung*, Dissertation, TU Freiberg, 2001.
- [LME 13] London Metal Exchange, [www.lme.com](http://www.lme.com), 2013
- [Lückert 09] P. Lückert, F. Kreitzmann, A. Rehberger, K. Bruchner, K. Schwedler, H. Ottenbacher; *Der neue 1,8-l-Vierzylinder-Ottomotor von Mercedes-Benz*, Motortechnische Zeitschrift **6**, 2009.
- [Lührs 96] C. Lührs, G. Kudermann, *Funkenspektrometrie: Leitfaden für die chemische Analyse von Metallen durch optische Emissionsspektralanalyse (OES) mit Funkenanregung*, GDMB, 1996.
- [MAGMASOFT 05] MAGMASOFT Handbuch, Version 4.4. MAGMA Giessereitechnologie GmbH, Aachen, 2005.
- [Mayer 03] M. Mayer, *Abgasturbolader: Sinnvolle Nutzung der Abgasenergie*, Die Bibliothek der Technik Band 103, Verlag moderne Industrie, 2003.
- [Merkel 08] M. Merkel, K. Thomas, *Taschenbuch der Werkstoffe*. 7. Auflage, Fachbuchverlag Leipzig, 2008.
- [metalprices 07] <http://www.metalprices.com>, 2007
- [Mola 05] M. Mola, *Numerische Legierungsentwicklung eines nickelreduzierten Duplex-Stahls*, Dissertation Ruhr-Universität Bochum, Europäischer Universitätsverlag, 2005.
- [Norm a] DIN EN 10295:2002, *Hitzebeständiger Stahlguss*
- [Norm b] DIN EN ISO 8044-1999, *Korrosion von Metallen und Legierungen*
- [Norm c] ISO 3452-1, *Farbeindringprüfung*
- [Norm d] DIN EN ISO 6892-1:2009, *Zugversuch, Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur*
- [Norm e] DIN EN 10291:2000, *Einachsiger Zeitstandversuch unter Zugbeanspruchung*
- [Norm f] DIN EN 10095:1999, *Hitzebeständige Stähle und Nickellegierungen*
- [Ohtani 07] H. Ohtani, *The CALPHAD Method*, Springer Handbook of Materials Measurement (2007), 1001-1030.

- [Petzow 06] G. Petzow, *Metallographisches, keramographisches und plastographisches Ätzen*, Gebrüder Borntraeger, 2006.
- [Pilling 23] N.B. Pilling, R.E. Bedworth, *The Oxidation of Metals an high Temperatures*, J. Inst. Met. **29** (1923), 529-591.
- [Porter 09] D.A. Porter, K.E. Easterling, M.Y. Sherif, *Phase Transformations in Metals and Alloys*, 3<sup>rd</sup> edition, CRC Press, Boca Raton, FL, 2009.
- [Rablbauer 02] R. Rablbauer, *Mikrostrukturen und Eigenschaften quasibinärer eutektischen NiAl-Re und NiAl-(Ti,Zr,Hf)B2-Legierungen für den Hochtemperatureinsatz*, Dissertation Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Shaker Verlag, 2006.
- [Raghavan 97] V. Raghavan, *The Cr-Fe-N-Ni System (Chromium-Iron-Nitrogen-Nickel)\**, Journal of Phase Equilibria **18** (2) (1997), 158-172.
- [Ramanathan 07] L.V. Ramanathan, M.F. Pillis, S.M. Fernandes, *Role of rare earth oxide coatings on oxidation resistance of chromia-forming alloy*, Journal of Materials Science **43** (2) (2007), 530-535.
- [Riedel 86] H. Riedel, *Fracture at High Temperatures*, Springer, 1986.
- [Roos 08] E. Roos, K. Maile, *Werkstoffkunde für Ingenieure*, 3. Auflage, Springer, 2008.
- [Rösch 82] K. Rösch, H. Zeuner, K. Zimmermann, *Stahlguss*, Verlag Stahleisen, Düsseldorf, 1982.
- [Rösler 06] J. Rösler, H. Harders, M. Bäker, *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*, Teubner, 2006.
- [Routschka 11] G. Routschka, H. Wuthnow, *Praxishandbuch Feuerfeste Werkstoffe*, 5. Auflage, Vulkan Verlag, Essen 2011.
- [Ryan 02] M.P. Ryan, D.E. Williams, R.J. Chater, B.M. Hutton, D.S. McPhail, *Why stainless steel corrodes*, Nature **415** (2002), 770-774.
- [Sämann 02] N. Sämann, *Einfluss von Oberflächenbehandlung und Legierungszusammensetzung auf die Hochtemperaturkorrosion von Chrom-Stählen*, Fortschritt-Berichte VDI **649** (5) (2002) VDI Verlag.
- [Scharf 09] J. Scharf, T. Göcmez, M. Wittler, S. Pischinger, R. Aymanns, C. Steffens, *Integration von Aufladesystem- und Motorentwicklung*, Motortechnische Zeitschrift **12**, 2009.
- [Schulze 10] G. Schulze, *Die Metallurgie des Schweissens*, 4. Auflage, Springer, 2010.
- [Schumann 07] H. Schumann, H. Oettel, *Metallografie*, 14. Auflage, Wiley-VCH, 2007.
- [Schütze 83] M. Schütze, *Das Verhalten hitzebeständiger Stähle bei gleichzeitiger Hochtemperaturkorrosion und Hochtemperaturkriechverformung*, Dissertation Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, 1983.
- [Schütze 91] M. Schütze, *Assessment of the Limits to the Protective Effect of Oxide Scales in High Temperature Technology, Set by Deformation of the Substrate*, Int. J. Press. Ves. & Piping **47** (1991), 293-315.
- [Schröder 09] Tim Schröder, *Ausgekochter Stahl für das Auto von morgen*, Mobilität Eisenforschung Spezial, Max-Planck Forschung, 2009.
- [Seidel 06] W. Seidel, *Werkstofftechnik: Werkstoffe, Eigenschaften, Prüfung, Anwendung*, Hanser Fachbuchverlag, 2006.
- [Shingledecker 07] J.P. Shingledecker, P.J. Maziasz, N.D. Evans, M.J. Pollard, *Creep Behavior of a New Cast Austenitic Alloy*, International Journal of Pressure Vessels and Piping, **84** (1-2) (2007), 21-28.



- [Shinoda 72] T. Shinoda, T. Ishi, R. Tanaka, T. Mimino, K. Kinoshita, I. Minegishi, *Effects of some Carbide Stabilizing Elements on Creep-Rupture Strength and Microstructural Changes of 18-10 Austenitic Steel*, Metallurgical Transactions, **4** (1972), 1213-1222 .
- [Shvedov 73] L.I. Shvedov, *A New Heat Resistant Steel*, Material Science and Heat Treatment, **15 (3)** (1973), 256-257.
- [Simon 09] V. Simon, G. Oberholz, M. Mayer, *Abgastemperatur 1050°C: Eine konstruktive Herausforderung*, Borg Warner Turbo Systems, <http://www.turbos.bwauto.com>, 2009.
- [Spur 80] G. Spur, Th. Stöferle, *Handbuch der Fertigungstechnik; Band 1: Urformen*, Carl Hanser Verlag, 1981.
- [Spur 85] G. Spur, Th. Stöferle, *Handbuch der Fertigungstechnik; Band 4/2: Wärmebehandeln*, Carl Hanser Verlag, 1981.
- [Staneff 07] H. Staneff, B. Strieder, R. Weber, H. Zimmer, *Heiße Lösung – Edelstahl für Lader*, Giesserei-Praxis **6** (2007).
- [ThyssenKrupp 07] ThyssenKrupp Materials International, *Ferritischer hitzebeständiger Stahl TK 1.4762*, 2007, <http://www.thyssenkrupp-edelstahl.de/liefer/pdf/1.4762.pdf>.
- [Toh 02] C.H. Toh, P.R. Munroe, D.J. Young, *Metal Dusting of Fe-Cr and Fe-Ni-Cr Alloys under Cyclic Conditions, Oxidation of Metals*, **58 (1/2)** (2002), 1-21.
- [Tolpygo 98] V.K. Tolpygo, H.J. Grabke, *The Effect of Impurities on the Alumina Scale Growth: An Alternative View*, Script Materialia **38 (1)** (1998), 123-129.
- [Treitler 05] R. Treitler, *Vom Gießprozess zur Festigkeitsberechnung am Beispiel einer Aluminium-Gussteil-Magnesium-Druckgusslegierung*, Dissertation, Universität Karlsruhe, 2005.
- [Ueta 04] S. Ueta, S. Hamano, T. Noda, M. Okabe, N. Abe, *Hitzebeständiger austenitischer Stahlguss mit verbesserter Temperaturwechselbeständigkeit für Abgassysteme in Automobilen*, Giesserei-Praxis **6** (2004), 229-232.
- [Walner 09] E. Walner, *Hohe Temperaturen in Automotoren: ThyssenKrupp VDM liefert Werkstoffe für neue Turbolader*, Fachpresse-Mitteilung, <http://www.idw-onlinde.de>, 2009.
- [Wegst 92] C.W. Wegst, *Stahlschlüssel*, 16. Ausgabe, Verlag Stahlschlüssel Wegst GmbH, 1992.
- [Weißbach 07] W. Weißbach, *Werkstoffkunde*, Vieweg, 2007.
- [Witt 06] G. Witt, *Taschenbuch der Fertigungstechnik*, Fachbuchverlag Leipzig, 2006.
- [Xiong 01] M. Xiong, A. V. Kuznetsov, *Comparison between Lever and Scheil Rules for Modeling of Microporosity Formation during Solidification*, Flow Turbulence and Combustion **67** (2001), 305-323.
- [Zimmermann 01] D. Zimmermann, *Einfluß der Oberflächenorientierung und der chemische Zusammensetzung auf das Oxidationsverhalten von  $\beta$ -NiAl Einkristallen*, Dissertation Universität Stuttgart, 2001.



## Lebenslauf

Name: Kaiser, Timotheus Roman Valentin  
Geburtsdatum: 30. Mai 1980 in Regensburg

### Schulbildung

1987-1991 Grundschohle in Pettenreuth  
1991-1999 Regental-Gymnasium in Nittenau

### Allgemeine Wehrpflicht

1999-2000 Wehrpflicht Gebirgsjägerbrigade 23 in Bad Reichenhall

### Studium

2000-2005 Mechatronik an der Fachhochschule Regensburg  
Abschluss: Dipl.-Ing. (FH)  
2003 Auslandsaufenthalt in Gandia, Spanien  
Praktisches Semester an der Universität Valencia  
2003 Auslandsaufenthalt in Sydney, Australien  
Study Abroad an der University of New South Wales  
2004-2005 Auslandsaufenthalt in San Jose, USA  
Diplomarbeit bei OSRAM Opto Semiconductors  
2005-2007 Materials Science and Engineering an der Christian-Albrechts Universität  
zu Kiel  
Abschluss: M.Sc.  
2007 Masterarbeit am Max-Planck Institut für Metallforschung in  
Stuttgart  
2007-2013 Doktorand an der Technischen Universität Clausthal

### Berufstätigkeit

2007-2010 Doktorand bei der Daimler AG in Ulm  
seit 9/2010 Entwicklungsingenieur (Fertigungsverfahren) bei der  
Daimler AG in Stuttgart, Gießerei Mettingen  
Bereich Technologietransfer Stahlguss

11.11.2013

  
Kaiser